



PESTILOGE

Mesure des pesticides dans l'air et les poussières dans le cadre de la campagne nationale logements 2 - Volet poussières

Olivier RAMALHO, Claire DASSONVILLE, Anthony GREGOIRE,
Sutharsini SIVANANTHAM, Emma LAFAURIE, Maria José RUEDA LOPEZ, Pierre
BONNET, Virginie DESVIGNES et Driss SAMRI

Centre Scientifique et Technique du Bâtiment
Direction Santé Confort

Mars 2025

Rapport final



Observatoire de la qualité de
l'air intérieur

CSTB
le futur en construction

Date	03/03/2025	
Code	SC-QEI-2025-039	
Version	2	
Maître d'œuvre	CSTB (DSC)	
Contact responsable de l'étude	Olivier Ramalho (olivier.ramalho@cstb.fr)	
Maître d'ouvrage	Anses (DER/UPPV)	
Niveau de lecture	expert	
Diffusion	☐ Interne	☒ Externe
Confidentialité	☐ Oui	☒ Non

Ce rapport a fait l'objet d'un financement de l'Anses au titre du dispositif de phytopharmacovigilance (<https://www.anses.fr/fr/content/la-phytopharmacovigilance>) et dans le cadre d'un contrat de coopération signé entre les parties le 9 décembre 2020. Les conclusions exprimées dans ce rapport n'engagent que leurs auteurs. Le contenu de ce rapport ne fait pas l'objet d'une validation de l'Anses et ne reflète pas nécessairement son avis définitif. La responsabilité de l'Anses ne peut être engagée en cas d'informations incomplètes ou erronées. Toute utilisation ou modification de ce rapport par des tiers, sous quelque forme que ce soit, est faite sous leur seule et entière responsabilité, sans que celle de l'Anses ne puisse être recherchée.

Toute reproduction ou représentation intégrale ou partielle, par quelque procédé que ce soit, des pages publiées dans le présent document, faite sans l'autorisation du CSTB est illicite et constitue une contrefaçon. Seules sont autorisées, d'une part, les reproductions strictement réservées à l'usage du copiste et non destinées à une utilisation collective et, d'autre part, les analyses et courtes citations justifiées par le caractère scientifique ou d'information de l'œuvre dans laquelle elles sont incorporées (Loi du 1er juillet 1992 - art. L 122-4 et L 122-5 et Code Pénal art. 425).

CITATION DE CE RAPPORT

Ramalho O., Dassonville C., Gregoire A., Sivanantham S., Lafaurie E., Rueda Lopez M.J., Desvignes V., Samri D. (2025). PestiLoge - Mesure des pesticides dans l'air et les poussières dans le cadre de la campagne nationale logements 2. Volet poussières. Programme d'études et de recherche de l'Observatoire de la qualité de l'air intérieur. Rapport final SC-QEI-2025-039, Mars 2025, 142 pages. <https://doi.org/10.82199/oqi-cnl2-e3d0-0j97>

Dans le texte : (Ramalho et al., 2025)

REMERCIEMENTS

Financier de la campagne PestiLoge :



Financeurs de la campagne nationale logements 2 (CNL2) :



Contribution pour l'échantillonnage :



Prestataire de recrutement :



Prestataires en charges des enquêtes :



Laboratoires en charges des analyses de pesticides dans l'air et les poussières :



SOMMAIRE

REMERCIEMENTS	4
SOMMAIRE	5
INDEX DE TABLEAUX ET FIGURES	8
SIGLES ET ABREVIATIONS	12
GLOSSAIRE	14
RESUME	15
ABSTRACT	17
1. Contexte et objectifs de la campagne nationale logement 2.....	19
2. Sélection des pesticides à mesurer dans les poussières des logements.....	20
2.1. La CNL2	20
2.2. Les pesticides dans les poussières.....	22
2.3. Sélection des pesticides mesurés dans les poussières	23
3. Mesure des pesticides dans les poussières des logements.....	31
3.1. Stratégie de collecte des poussières des logements.....	31
3.1.1. Stratégie générale de collecte des poussières	31
3.1.2. Stratégie de collecte des poussières adoptée dans les études précédentes	33
3.1.3. Mode de collecte des poussières	35
3.1.4. Estimation du nombre de foyers sans aspirateurs ou avec aspirateurs sans sacs	37
3.1.5. Types de sac aspirateur.....	38
3.1.6. Transport de la poussière	38
3.1.7. Temps de séjour de la poussière dans le logement	40
3.1.8. Conservation des poussières collectées.....	41
3.1.9. Pesée et tamisage de la poussière	44
3.2. Prélèvement des pesticides dans les poussières des logements	45
3.2.1. Protocole de collecte des poussières dans les logements.....	45
3.2.2. Données disponibles pour la mesure des pesticides dans les poussières ...	47
3.3. Tamisage et pesée des poussières collectées.....	51
3.3.1. Protocole de tamisage.....	52
3.3.2. Protocole de pesée	53
3.3.3. Liste des données associées au tamisage et à la pesée des poussières	54
3.4. Préparation, extraction et analyse des pesticides mesurés dans les poussières	55
3.4.1. Masse de poussière analysable	55

3.4.2.	Méthode d'analyse des pesticides semi-volatils par GC-MS/MS – Filière 1	56
3.4.3.	Méthode d'analyse des pesticides thermosensibles et/ou non volatiles par LC-MS/MS – Filière 2	59
3.4.4.	Méthode d'analyse des pesticides très polaires par HILIC-MS/MS – Filière 3	62
3.4.5.	Validation des résultats analytiques par le laboratoire	64
3.4.6.	Synthèse des rendements d'extraction, des LD, LQ et incertitudes	66
3.4.7.	Données d'analyse	77
4.	Validation des données	80
4.1.	Collecte des poussières	80
4.1.1.	Validation des données de collecte d'échantillons de poussières	80
4.1.2.	Collectes d'échantillon invalides	81
4.1.3.	Délais de réception des échantillons	81
4.2.	Tamissage et pesées	82
4.3.	Validation des données d'analyse	82
4.3.1.	Délais d'extraction et d'analyse	83
4.3.2.	Analyses invalides	84
4.3.3.	Validation de la donnée au niveau substance	86
4.4.	Bilan de collecte des poussières et de validation des mesures de pesticides	87
5.	Méthodologie statistique	92
5.1.	Unité statistique et représentativité des résultats	92
5.2.	Incertitudes sur les centiles de distribution de concentration	93
5.3.	Redressement et pondérations	93
5.4.	Croisements entre concentrations de pesticides et caractéristiques des logements	94
6.	Résultats de la collecte de poussières dans les logements en France	95
6.1.	Estimation du taux d'équipement en aspirateur des foyers	95
6.2.	Résultats de collecte des poussières	96
6.2.1.	Masse de poussières collectées	96
6.2.2.	Caractéristiques des échantillons de poussières collectés	98
7.	Résultats des mesures de pesticides dans les poussières des logements en France	101
7.1.	Synthèse de la méthode de mesure	101
7.2.	Fongicides	101
7.3.	Herbicides	105
7.4.	Insecticides	107
7.5.	Autres pesticides	111

7.6.	Synthèse des résultats de mesure des pesticides dans les poussières	113
8.	Analyse conjointe des niveaux de concentrations de pesticides	119
8.1.	Corrélation entre les niveaux de concentrations de pesticides mesurés dans les poussières.....	119
8.2.	Logements avec niveaux élevés de pollution des poussières.....	120
9.	Influence des caractéristiques de collecte sur les niveaux de pesticides dans les poussières	123
9.1.	Influence du type d'échantillon (sac aspirateur / poussières libres)	123
9.2.	Influence de la température de collecte	123
9.3.	Influence de la collecte de poussières hors volume habitable.....	125
9.4.	Influence de détérioration du sachet de collecte	125
9.5.	Influence du traitement du sac ou de l'aspirateur	126
10.	Croisement des niveaux de concentration en pesticides avec des caractéristiques des logements.....	127
10.1.	Type de logement (individuel / collectif)	127
10.2.	Proximité d'une zone de culture.....	129
10.3.	Usages de produits pesticides dans le logement.....	129
11.	Comparaison avec la campagne ECOS-POUSS.....	132
12.	Conclusion	136
13.	Références.....	139

INDEX DE TABLEAUX ET FIGURES

TABLEAUX

Tableau 1. Liste initiale des 137 substances visées pour une mesure dans les poussières (TNV : substance thermo-sensible et/ou non volatile, SV : substance semi volatile, Pol : substance très polaire, Cu : cuivre, - : non retenu).....	23
Tableau 2. Liste des 92 pesticides recherchés et analysés dans les poussières des logements classés par famille.	27
Tableau 3 : Tests de conservation d'une poussière composite stockée dans un sachet polyéthylène zip à 5 °C (extrait du matériel supplémentaire de l'article Blanchard et al. (2014) avec les écarts $ \Delta C > 25\%$ surlignés en gris pour les pesticides et en rouge lorsque $ \Delta C > 3 \times CV$ à T_0 (correspondant à la variation initiale)).....	42
Tableau 4 : Tests de conservation d'une poussière composite stockée dans un sachet polyéthylène zip à 20 °C (extrait du matériel supplémentaire de l'article Blanchard et al. (2014) avec les écarts $ \Delta C > 25\%$ surlignés en gris pour les pesticides et en rouge lorsque $ \Delta C > 3 \times CV_{T0}$ (correspondant à la variation initiale)).....	42
Tableau 5 : Tests de conservation d'une poussière composite stockée dans un sachet polyéthylène zip à 35 °C (extrait du matériel supplémentaire de l'article Blanchard et al. (2014) avec les écarts $ \Delta C > 25\%$ surlignés en gris pour les pesticides et en rouge lorsque $ \Delta C > 3 \times CV_{T0}$ (correspondant à la variation initiale)).....	43
Tableau 6 : Types de contrôles par filière analytique.....	65
Tableau 7 : Rendement d'extraction absolu de l'analogue marqué en matrice poussières (RA_DUST en %) ou de la substance native sans matrice poussières (RA en %), rendement relatif (RR) observé sur points de contrôle au niveau LQ ou en milieu de gamme, rendement relatif matrice poussière en milieu de gamme (RR_DUST en %), limites de détection (LD) et de quantification (LQ) pour les 92 pesticides analysés dans les poussières.....	67
Tableau 8 : Incertitudes de mesures relatives élargies (U %) déterminées à partir des points de contrôles avec (PC_DUST) ou sans matrice poussières (PC) au niveau LQ et au niveau du milieu de gamme (_moyen).....	73
Tableau 9 : Nombre de résultats d'analyses invalidés par filière (GC, LC et POL pour polaires) au regard de la masse tamisée (g) sur la base des 528 échantillons de poussières initialement exploitables avec au moins une filière analytique complète invalidée.	84
Tableau 10 : Bilan des données d'analyse disponibles et exploitables par substance	88
Tableau 11 : Taux d'équipement en aspirateur des foyers (champ : parc de résidences principales en France métropolitaine continentale).....	95
Tableau 12 : Masse brute de poussières collectées avant tamisage.....	96
Tableau 13 : Masse de poussières tamisées à 100 μm	97
Tableau 14 : Masse de poussières stockées avant analyse	97
Tableau 15 : Nombre d'échantillons contenant différentes combinaisons de poussières non-domestiques.....	100
Tableau 16. Limites et fréquences de détection et de quantification pour les 23 fongicides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales).....	101
Tableau 17. Distribution des concentrations des 23 fongicides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales).	102
Tableau 18. Limites et fréquences de détection et de quantification pour les 26 herbicides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales).....	105

Tableau 19. Distribution des concentrations des 26 herbicides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales).....	106
Tableau 20. Limites et fréquences de détection et de quantification pour les 33 insecticides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales).....	108
Tableau 21. Distribution des concentrations des 33 insecticides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales)	109
Tableau 22. <i>Limites et fréquences de détection et de quantification pour les 9 autres pesticides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales)</i>	111
Tableau 23. Distribution de la concentration des 9 autres pesticides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales).....	112
Tableau 24. Fréquence de détection (FD) comparée entre échantillons frais et échantillons reçus à température ambiante.....	124
Tableau 25. Liste de 12 pesticides dont la concentration dans l'air est associée au type de logement.....	127
Tableau 26. Comparaison des limites et fréquences de détection (LD et FD)et de quantification (LQ et FQ) des pesticides dans les poussières entre les deux campagnes de mesure ECOS-POUSS et CNL2/PestiLoge.....	133
Tableau 27. Comparaison des concentrations médianes, du 75ème et du 95ème centile des pesticides dans les poussières entre les deux campagnes de mesure ECOS-POUSS et CNL2/PestiLoge (en ng/g).	135

FIGURES

Figure 1. Schéma récapitulatif de l'échantillonnage des résidences principales pour la CNL2	20
Figure 2. Répartition géographique des communes avec au moins une enquête réalisée. ...	21
Figure 3 : Matériel de prélèvement pour le passage de l'aspirateur : cartouche en cellulose, flacon brun et embout en téflon.....	34
Figure 4 : Kit de collecte de poussières envoyés aux familles dans le cadre du projet POPEYE (Ineris, 2017).	35
Figure 5 : Sachet plastique semi-opaque utilisé pour le transport du sac aspirateur et/ou de la poussière libre (HIGHSHIELD® - Metallized ESD Shielding Bag) – dimensions 35 x 45 cm.	40
Figure 6 : Arbre décisionnel couvrant la procédure de recueil des poussières aux logements des participants de la CNL2 lors de la première visite (ou lors de la seconde visite en bleu).	46
Figure 7 : Principe de recueil de la poussière en J1 (visite 1) ou J8 (visite 2).	46
Figure 8 : Distribution comparée des masses de poussières collectées brutes et tamisées selon le type d'échantillon (poussières libres ou sacs d'aspirateur).	98
Figure 9. Fréquence de détection et de quantification des 22 fongicides détectés dans les poussières (gauche) et étendue (P25-P50-P95) de leur concentration dans les poussières au regard des LD et LQ (droite).	104
Figure 10. Fréquence de détection et de quantification des 25 herbicides détectés dans les poussières (gauche) et étendue de leur concentration (P25-P50-P95) dans les poussières au regard des LD et LQ (droite).	107
Figure 11. Fréquence de détection et de quantification des 32 insecticides détectés dans les poussières (gauche) et étendue de leur concentration (P25-P50-P95) dans les poussières au regard des LD et LQ (droite).	110
Figure 12. Fréquence de détection et de quantification des 8 autres pesticides détectés dans les poussières (gauche) et étendue de leur concentration dans les poussières au regard des LD et LQ (droite).	113
Figure 13. Fréquence de détection et de quantification des 46 pesticides détectés au niveau des poussières dans au moins 20 % des logements.	114
Figure 14. Fréquence de détection et de quantification des 41 pesticides plus rarement détectés au niveau des poussières des logements (détectés dans moins de 20 % des logements).....	115
Figure 15. Représentation des concentrations médianes, 25 ^{ème} et 95 ^{ème} centiles des 24 pesticides quantifiés dans au moins 50 % des logements. Les pesticides sont classés par ordre décroissant de leur concentration médiane respective (champ : parc de résidences principales).	116
Figure 16. Représentation des concentrations médianes, 25 ^{ème} et 95 ^{ème} centiles des 31 pesticides quantifiés dans au moins 5 % des logements. Les pesticides sont classés par ordre décroissant de leur 95 ^{ème} centile respectif (champ : parc de résidences principales).	117
Figure 17. Représentation des concentrations médianes, 25 ^{ème} et 95 ^{ème} centiles des 32 pesticides quantifiés dans moins de 5 % des logements. Les pesticides sont classés par ordre décroissant de leur 95 ^{ème} centile respectif (champ : parc de résidences principales).	118
Figure 18. Corrélogramme des pesticides dans les poussières avec au moins un coefficient de corrélation de Spearman supérieur à 0,5 (champ : 517 logements).	119
Figure 19. Part de logements avec de multiples occurrences de pesticides avec des concentrations dans les poussières jugées élevées (> P75). Champ : parc de résidences principales.	121

Figure 20. Part de logements avec de multiples occurrences de pesticides avec des concentrations dans les poussières jugées faibles (< P25). Champ : parc de résidences principales.	122
Figure 21. Influence du type d'échantillon sur les niveaux de cyperméthrine dans la poussière.	123
Figure 22. Influence de la température de collecte sur les niveaux de carbétamide dans la poussière.	124
Figure 23. Influence des poussières collectées hors de volume habitable (*incluant cendres, poussières de travaux, déversements accidentels) sur les niveaux de difénoconazole dans les poussières.	125
Figure 24. Influence du type de logement sur les concentrations en acétamipride, boscalid, dichlorprop-P, glyphosate, propiconazole et tébuconazole (concentrations en échelle logarithmique).	128
Figure 25. Influence de la proximité d'une zone de cultures à moins de 200 m du logement sur les concentrations en métolachlore (concentrations en échelle logarithmique).	129
Figure 26. Influence de l'usage de produits pesticides (PP) à l'extérieur dans les 12 derniers mois sur les concentrations en glyphosate (concentrations en échelle logarithmique).	130
Figure 27. Influence de l'usage de produits pesticides (PP) à l'intérieur dans les 12 derniers mois sur les concentrations en fipronil (concentrations en échelle logarithmique).	130
Figure 28. Comparaison des fréquences de détection dans les poussières pour les 11 pesticides détectés au moins une fois entre les deux campagnes CNL2/PestiLoge (à gauche) et ECOS-POUSS (à droite).	134

SIGLES ET ABREVIATIONS

ADEME	Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie
AFNOR	Association française de normalisation
AMPA	Acide alpha-amino-3-hydroxy-5-méthyl-4-isoxazolepropionique (CAS n° 77521-29-0)
ANSES	Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail
ASE	Extraction par solvant accélérée ou extraction par liquide pressurisée (PLE)
CAS	Chemical Abstracts Service (CAS), service américain qui fournit un identifiant unique à toute molécule chimique, représentant le numéro d'index du registre CAS et utilisé à l'international
CCTP	Cahier des clauses techniques particulières
CNEP	Campagne nationale exploratoire de mesure des résidus de pesticides dans l'air ambiant (juin 2018 – juin 2019)
CNL1	Campagne nationale logements n°1 (septembre 2003 – décembre 2005)
CNL2	Campagne nationale logements n°2 (novembre 2020 – février 2023)
COSV	Composés organiques semi-volatils
COV	Composés organiques volatils
Covid-19	Maladie à coronavirus 2019
CSTB	Centre Scientifique et Technique du Bâtiment
CV	Coefficient de variation (ou écart-type relatif)
DEET	N,N-Diéthyl-3-méthylbenzamide (CAS n° : 134-62-3)
DGPR	Direction générale de la Prévention des Risques
DGS	Direction générale de la Santé
DHUP	Direction de l'Habitat, de l'Urbanisme et des Paysages
DREES	Direction de la recherche, des études, de l'évaluation et des statistiques
DSC	Direction Santé Confort du CSTB
ECOS-PM	Volet de mesure des composés organiques semi-volatils dans la phase particulaire (PM ₁₀) des logements enquêtés durant la CNL1 dans le cadre du projet ECOS (Exposition Cumulée aux Composés organiques Semi-volatils dans l'habitat)
EHIS	Enquête de santé européenne (European Health Interview Survey)
EHPAD	Établissement d'hébergement pour personnes âgées dépendantes
GC	Chromatographie en phase gazeuse
HILIC	Chromatographie par interaction hydrophile
HPLC	Chromatographie en phase liquide haute performance

HR	Humidité relative
IC	Intervalle de confiance
INSEE	Institut national de la statistique et des études économiques
IRDES	Institut de recherche et documentation en économie de la santé
LD	Limite de détection du laboratoire exprimée en masse collectée sur support ou en concentration (rapportée au volume prélevé)
LDM	Limite de détection de la méthode globale exprimée en masse collectée sur support ou en concentration (rapportée au volume prélevé)
LQ	Limite de quantification du laboratoire exprimée en masse collectée sur support ou en concentration (rapportée au volume prélevé)
LQM	Limite de quantification de la méthode globale exprimée en masse collectée sur support ou en concentration (rapportée au volume prélevé)
MS	Spectrométrie de masse
MS/MS	Spectrométrie de masse en tandem
OQAI	Observatoire de la qualité de l'air intérieur
OQEI	Observatoire de la qualité des environnements intérieurs
P25	25 ^{ème} centile
P50	Médiane
P75	75 ^{ème} centile
P90	90 ^{ème} centile
P95	95 ^{ème} centile
PACA	Provence-Alpes-Côte d'Azur
PERF	Catégorie de performance analytique d'une substance
PM_{2,5}	Fraction massique de particules de diamètre aérodynamique inférieur à 2,5 µm
PM₁₀	Fraction massique de particules de diamètre aérodynamique inférieur à 10 µm
POPEI	Convention de recherche et développement Anses/CSTB sur l'étude de faisabilité pour la mesure de pesticides dans la campagne nationale logements n° 2 de l'Observatoire de la qualité de l'air intérieur
PPV	Dispositif de phytopharmacovigilance
PUF	Mousse polyuréthane (<i>polyurethane foam</i>)
RDT	Rendement d'extraction
RET	Capacité de rétention (ou efficacité de piégeage)
SpF	Santé publique France
T	Température
TD	Désorption thermique
UU	Unité urbaine

GLOSSAIRE

Capacité de rétention : également appelée efficacité de piégeage, correspond au rendement de récupération d'une quantité de substance dopée sur un support dans les conditions de débit, durée et volume de prélèvement.

CNL2 : Campagne nationale logements 2 couvrant la France métropolitaine continentale répartie en 20 régions ou zones d'enquête et consistant à enquêter au domicile des participants au travers de l'administration de questionnaires et de la mise en place d'instruments de mesure. La CNL2 est menée par l'Observatoire de la qualité de l'air intérieur (OQAI) dont le Centre scientifique et technique du bâtiment (CSTB) est l'opérateur technique. Les financeurs de la CNL2 sont les ministères publics (DGPR, DHUP, DGS), l'Ademe, Santé publique France et l'Anses (pour le volet mesure des pesticides dans l'air et les poussières).

Pesticides : Les pesticides intègrent les produits phytopharmaceutiques (produits destinés à protéger les végétaux et les produits de culture), les produits biocides (produits destinés à détruire, repousser ou rendre inoffensifs les organismes nuisibles) et les antiparasitaires vétérinaires et humains. Ces produits regroupent des insecticides, des fongicides, des herbicides, etc. Ils permettent de prévenir, contrôler ou lutter contre des organismes jugés indésirables, qu'il s'agisse de plantes, de champignons ou de bactéries. Retenir le terme de « pesticides » pour désigner l'ensemble de ces produits est une convention. Elle ne présume pas de l'usage que peuvent faire différents acteurs de cette appellation.

Rendement d'extraction absolu : Il correspond au rendement de récupération d'une quantité de substance dopée sur un support dans les conditions d'extraction et d'analyse du laboratoire. C'est le rapport de la masse mesurée dans un échantillon à la masse d'analyte connue (dopée). Ce rapport n'est pas corrigé de l'étalon interne.

Rendement d'extraction relatif : Il correspond au rendement de récupération d'une quantité de substance dopée sur un support dans les conditions d'extraction et d'analyse du laboratoire en tenant compte du rendement de l'étalon interne. C'est le rapport de la masse mesurée dans un échantillon, corrigé du taux de récupération de l'étalon interne, à la masse d'analyte connue (dopée). Le laboratoire Leres utilise le terme de justesse pour qualifier le rendement d'extraction relatif.

RESUME

L'Observatoire de la qualité de l'air intérieur (OQAI) présente les résultats de mesure des pesticides dans les poussières des logements dans le cadre de la deuxième campagne nationale sur la qualité de l'air dans les logements en France (CNL2). La campagne couvre la période de novembre 2020 à février 2023. Elle associe des mesures de qualité de l'air au domicile des participants sur une semaine de 7 jours à une enquête sur les caractéristiques des logements, des ménages et des équipements présents, complétée par la fréquence des activités domestiques et la perception des occupants sur leur confort.

Parmi les nombreux paramètres mesurés, les pesticides sélectionnés pour être mesurés dans les poussières des logements ont été choisis sur la base de travaux de hiérarchisation menés par l'Anses en tenant compte de critère sanitaire et de la faisabilité métrologique. Un total de 92 pesticides a ainsi été analysé dans les échantillons de poussière de la CNL2 par un laboratoire sélectionné dans le cadre d'un marché négocié avec exclusivité.

A la fin du terrain de l'enquête, 571 logements ont été enquêtés. Un total de 1516 individus a répondu aux questions de l'enquête. Les logements enquêtés sont répartis dans 321 communes et 84 départements. L'élaboration d'un jeu de pondération permet d'exprimer les résultats observés à l'échelle du parc national de 29,7 millions de résidences principales en France métropolitaine continentale.

Sur les 92 pesticides recherchés, cinq d'entre eux n'ont jamais été détectés dans les logements (brodifacoum, dichlorvos, fénarimol, flumétraline et triallate). Treize pesticides sont détectés dans plus de 90 % des logements (et également quantifiés dans plus de 70 % d'entre eux). Parmi eux, on dénombre 5 fongicides (boscalid, dicloran, difénoconazole, propiconazole, tébuconazole), 2 herbicides (glyphosate et terbutryne), 4 insecticides (acétamipride, cyperméthrine, imidaclopride, et perméthrine) et 2 insectifuges (DEET et icaridine).

Quatre autres substances sont quantifiées dans plus de 50 % des logements : fipronil, lindane, pyriproxyfène et transfluthrine. Vingt-deux pesticides ne sont que très rarement détectés (dans moins de 5 % des logements).

Quatre pesticides présentent une concentration médiane supérieure à 100 ng/g (glyphosate, cyperméthrine et butoxyde de pipéronyle (PBO) voire supérieure à 1 000 ng/g (perméthrine). Pour 8 pesticides, la concentration dans les poussières dépasse 1 000 ng/g dans au moins 5 % des logements (perméthrine, imidaclopride, glyphosate, cyperméthrine, PBO, fipronil, icaridine et pyriproxyfène).

Pour près de 98 % des logements, la concentration d'au moins un pesticide mesuré dans les poussières, est jugée élevée. Aucun logement ne présente des concentrations faibles pour l'ensemble des pesticides recherchés. Environ 1 % du parc montrent des concentrations faibles pour 90 % des pesticides recherchés.

De fortes corrélations sont observées entre les concentrations de certains pesticides dans les poussières. Trois groupes de pesticides se distinguent particulièrement : un groupe de 3 herbicides (prosulfocarbe, pendiméthaline et propyzamide), de 2 fongicides (propiconazole et tébuconazole) et de 3 fongicides (boscalid, difénoconazole et fluopyram).

Certaines caractéristiques de collecte des échantillons sont associées avec la fréquence de détection ou les niveaux de concentration de quelques pesticides. Les premiers croisements

réalisés montrent une association de certains pesticides avec le type de logement, la proximité d'une zone de culture, ou l'usage de produits pesticides à l'intérieur ou à l'extérieur du bâtiment.

Une comparaison des résultats observés avec ceux de l'étude ECOS-POUSS a été menée. Cette étude fournit des données de 12 pesticides dans les poussières collectées entre 2008 et 2009 à une échelle représentative de 3,6 millions de foyers avec enfants de 6 mois à 6 ans en France métropolitaine. Les différences observées concernent la cyperméthrine plus souvent détectée et avec une concentration en général plus importante dans PestiLoge et à l'inverse 7 autres pesticides moins souvent détectées et à des concentrations globalement plus faibles par rapport à ECOS-POUSS (chlorpyrifos-éthyl, cyfluthrine, deltaméthrine, dieldrine, lindane, oxadiazon et diazinon). La perméthrine est détectée dans la quasi-totalité des logements dans les deux campagnes, mais avec un niveau de concentration globalement plus faible dans PestiLoge.

Des pistes d'exploitation de ces données sont également proposées.

MOTS CLES : Enquête nationale, résidentiel, fongicide, herbicide, insecticide, poussières.

ABSTRACT

The French Observatory of indoor air quality (OQAI) presents the results of pesticide measurements as part of the second national campaign on air quality in French dwellings. The campaign covers the period from November 2020 to February 2023. It combines air quality measurements over a 7-day week with a survey of the characteristics of dwellings, households and equipment, frequency of domestic activities and individual perception of their well-being and comfort.

Among the many parameters measured, the pesticides selected to be measured in settled dust of dwellings were chosen based on a hierarchical ranking carried out by Anses, taking into account both health criteria and metrological feasibility. A laboratory selected on an exclusive negotiated procedure was able to analyze 92 pesticides in the collected dust samples.

At the end of the field survey, 571 households were investigated and a total of 1516 individuals participated to the survey. These households are located in 321 municipalities and 84 departments. Sampling weights were used to express the results at the national level, i. e. the 29.7 million main residences in mainland France.

Among the 92 pesticides searched, five of them were never detected in dwellings (brodifacoum, dichlorvos, fenarimol, flumetralin, triallate). Thirteen pesticides were detected in more than 90% of dwellings (and also quantified in more than 70% of them). Among these substances were found 5 fungicides (boscalid, dicloran, difenoconazole, propiconazole and tebuconazole), 2 herbicides (glyphosate and terbutryn), 4 insecticides (acetamipride, cypermethrin, imidaclopride and permethrin) and 2 repellents (DEET and icaridine).

Four other pesticides were quantified in more than 50 % of dwellings: fipronil, lindane, pyriproxyfen and transfluthrin. Twenty-two pesticides were detected very rarely (in less than 5% of dwellings).

The median concentration of four pesticides exceeded 100 ng/g (glyphosate, cypermethrin and PBO) or even 1 000 ng/g (permethrin). For 8 pesticides, the concentration in settled dust was higher than 1 000 ng/g in more than 5% of dwellings, including permethrin, imidaclopride, glyphosate, cypermethrin, PBO, fipronil, Icaridine and pyriproxyfen).

For more than 98% of dwellings, the concentration of at least one pesticide in the dust was defined as relatively high. No dwelling showed low concentrations for all target pesticides at the same time.

Strong correlations were observed between a few pesticides according to their concentration in settled dust. Three groups of correlated pesticides could be identified: a group of 3 herbicides (prosulfocarbe, pendimethalin, and propyzamide), a group of 2 fungicides (propiconazole and tebuconazole) and another of 3 other fungicides (boscalid, difenoconazole and fluopyram).

Some characteristics in dust sample collection were associated with the detection frequency or even the concentration level of a few pesticides. First cross-tabulations showed an association between some pesticides and the type of dwelling, the proximity to a cultivation area and the use of pesticide products either outdoors or indoors.

Results were compared with those observed in the ECOS-POUSS study. This study provides data on 12 pesticides from settled dust collected between 2008 and 2009 with a representativeness to 3.6 million households in metropolitan France with children aged 6 months to 6 years. Differences between the two campaigns were found with both the detection frequency and concentration levels of cypermethrin higher in PestiLoge. On the opposite, seven other pesticides were more rarely detected with lower concentration levels in PestiLoge compared to ECOS-POUSS: chlorpyrifos-ethyl, cyfluthrin, deltamethrin, dieldrin, lindane, oxadiazon and diazinon. Permethrin was detected in quite all dwellings in both campaigns, with however a globally lower concentration level in PestiLoge.

Further ideas to analyze the collected data are also presented.

KEY WORDS: National survey, dwellings, fungicide, herbicide, insecticide, settled dust

1. CONTEXTE ET OBJECTIFS DE LA CAMPAGNE NATIONALE LOGEMENT 2

Dans le cadre de ses missions, le dispositif de phytopharmacovigilance (PPV) souhaite renforcer ses connaissances en matière de contamination en pesticides des matrices air intérieur et poussières déposées dans le logement qui restent peu documentées.

Dans ce contexte, différents partenariats ont été mis en place entre le CSTB et l'ANSES concernant la PPV via les CRD ANSES / CSTB N°2017-CRD-16_PPV17 (POPEI) et N°2019-CRD-02-PPV19 (PESTIDUST). L'objectif était d'étudier la faisabilité de la mesure, dans l'air intérieur et les poussières déposées au sol, des pesticides hiérarchisés par l'Anses dans le cadre de la campagne nationale logement 2 (CNL2) de l'Observatoire de la qualité de l'air intérieur (OQAI). Ces projets ont permis de finaliser les développements analytiques nécessaires à la mesure de certaines substances activées jugées prioritaires à la fois dans l'air et les poussières.

L'ensemble de ces travaux ont permis de mettre en place le contrat de collaboration entre pouvoirs adjudicateurs (Anses et CSTB) relatif à la mesure des pesticides dans l'air et les poussières dans le cadre de la CNL2, ci-après nommé le programme PestiLoge.

En effet, l'OQAI a lancé une nouvelle campagne nationale visant à mieux connaître la qualité de l'air dans les logements en France métropolitaine continentale (CNL2). Elle a pour objectif d'actualiser un premier état de la qualité de l'air établi entre 2003 et 2005, tout en apportant de nouvelles connaissances sur des substances émergentes ou peu étudiées à ce jour.

La CNL2 vise notamment à établir une distribution des différents indicateurs de la qualité de l'air à l'échelle du parc national de résidences principales en France métropolitaine continentale, avec une précision relative de 10 % pour les polluants jugés prioritaires. Un échantillonnage à deux degrés après définition et tirage des zones d'enquête permet de sélectionner les logements à enquêter au sein de chaque zone, pour un échantillon cible de 600 logements.

Le présent rapport décrit l'ensemble des résultats obtenus associés à la mesure des pesticides dans les poussières des logements enquêtés. Il fait suite au rapport CSTB SC-QEI-2025-038 relatif à la mesure des pesticides dans l'air des logements (Ramalho et al., 2025b). Il convient de se référer à ce précédent rapport au regard des aspects relatifs au descriptif des données issues des questionnaires et en particulier celles afférentes à l'usage de produits pesticides.

En ce qui concerne les aspects relatifs au recrutement des logements, à la mise en œuvre des enquêtes, au descriptif des autres paramètres mesurés et au bilan terrain de la campagne CNL2, il convient de se référer au premier rapport descriptif de la CNL2 (Ramalho et al., 2025).

2. SELECTION DES PESTICIDES A MESURER DANS LES POUSSIÈRES DES LOGEMENTS

2.1. La CNL2

Un descriptif complet du recrutement des logements et de la mise en œuvre des enquêtes est détaillé dans le rapport Campagne Nationale Logements 2 : Etat de la qualité de l'air dans les logements en France métropolitaine (novembre 2020 – février 2023), Partie 1 : COV, COSV, NO₂, Particules et Radon (Ramalho et al., 2025). Une brève synthèse est présentée ci-après.

L'échantillonnage des logements enquêtés a été réalisé sur la base des 14 192 participants à l'enquête EHIS au niveau de la France métropolitaine en 2019 (Leduc et al., 2021), parmi lesquels 13 474 ont répondu à une question relative à l'autorisation de transmission de leurs coordonnées en vue d'obtenir plus de détails sur la campagne CNL2. Sur cette base et après consolidation, les coordonnées de 3 667 foyers désireux d'en savoir plus ont été communiquées au prestataire en charge du recrutement de la CNL2. Toutes les adresses ont été contactées. Après quelques relances, 750 accords de consentement à participer à la CNL2 ont été reçus. A la fin du terrain de l'enquête, 571 logements ont été enquêtés en deux vagues (de novembre 2020 à décembre 2021 et de janvier 2022 à février 2023). Un total de 1 516 individus a répondu aux questions de l'enquête.

La procédure d'échantillonnage des logements pour la CNL2 est résumée par la **Figure 1**.

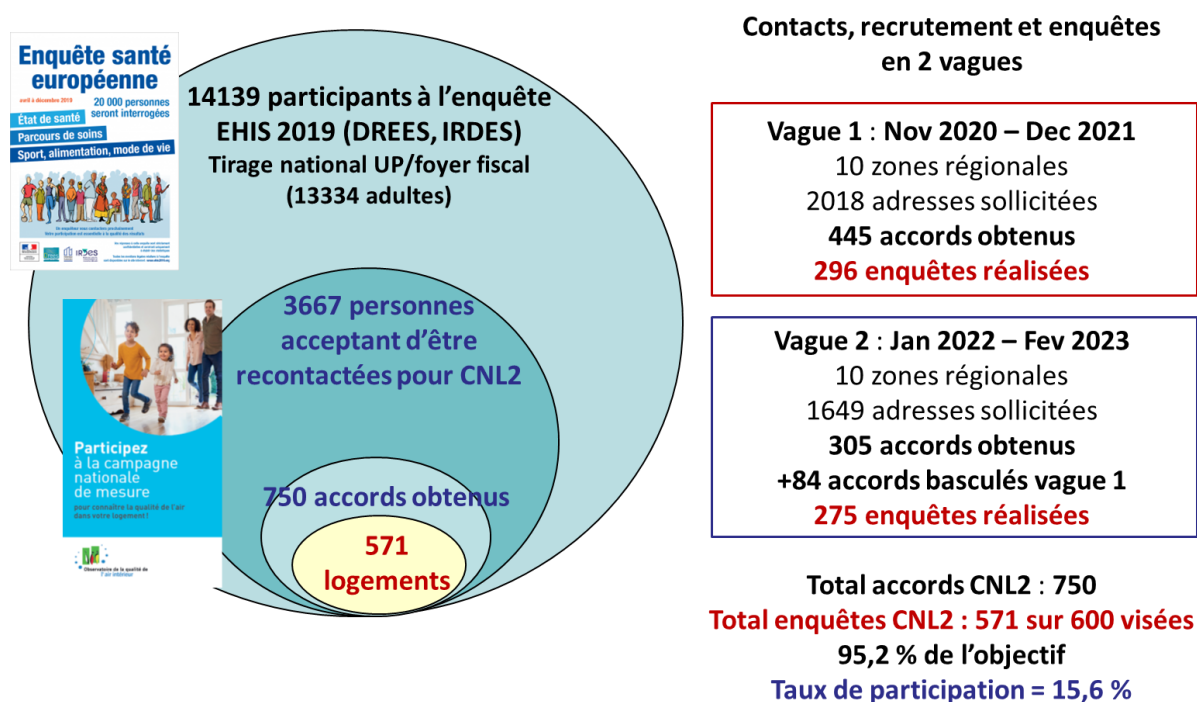


Figure 1. Schéma récapitulatif de l'échantillonnage des résidences principales pour la CNL2

Les 571 enquêtes réalisées se répartissent dans 321 communes sur les 389 communes des foyers ayant initialement donné leur consentement de participation (**Figure 2**). La répartition géographique est assez homogène malgré le faible nombre de communes représentées. Une à 32 enquêtes sont réalisées par commune.

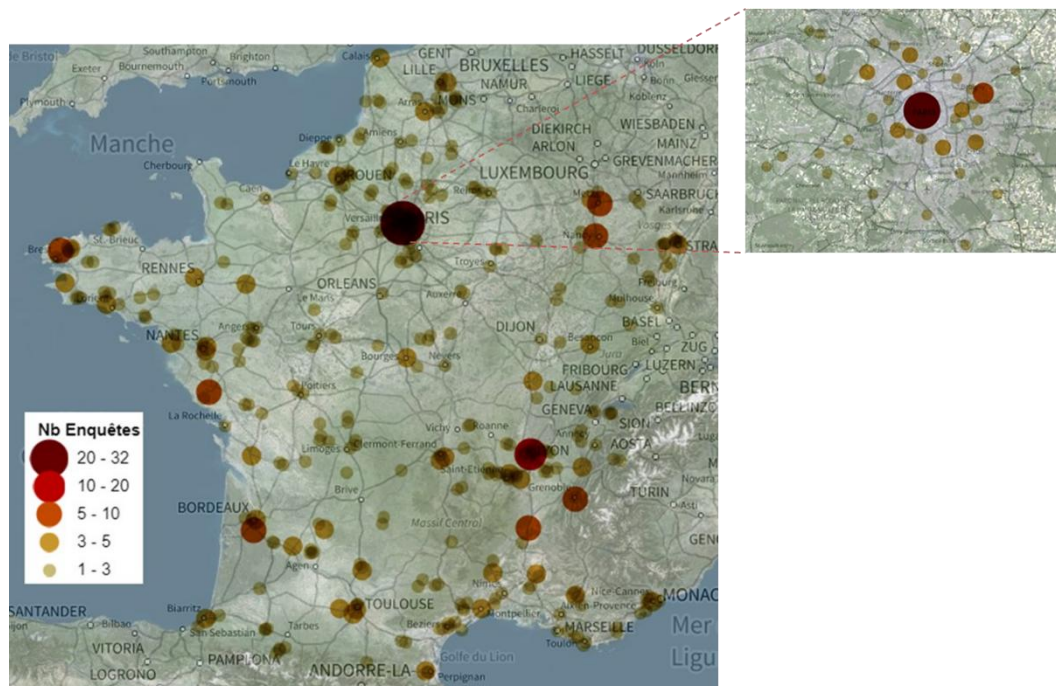


Figure 2. Répartition géographique des communes avec au moins une enquête réalisée.

Ces éléments permettent de voir que la représentativité temporelle d'une part n'est assurée que sur la période globale de la campagne et qu'il n'est pas conseillé de comparer différentes sous-périodes de la campagne (saisons, mois) entre elles.

D'autre part, la représentativité spatiale visée est celle de la France métropolitaine continentale. Il n'y a aucune représentativité possible à l'échelle de la région, du département ou de la commune.

L'enquête CNL2 peut être résumée de la façon suivante :

- Deux visites à 7 jours d'intervalle par 2 enquêteurs terrain ;
- Instrumentation de 2 pièces du logement : chambre de la personne de référence et séjour, avec également des mesures ponctuelles aux bouches de ventilation des pièces de service et l'instrumentation de l'extérieur du logement ;
- Mise en place de dispositifs de mesure par diffusion ou en continu sur une semaine en plus de mesures ponctuelles (débits d'air) ;
- Mesure des paramètres de confort ;
- Mesure des substances prioritaires (issues d'une hiérarchisation OQAI/CNL2) ;
- Mesure de substances pesticides (issues d'une hiérarchisation ANSES/PPV) ;
- Mesure du radon (prise en charge IRSN) et des moisissures (Université de Lille) ;
- Administration de questionnaires en face-à-face avec la personne de référence du ménage, ainsi qu'avec les individus composant le ménage (questionnaires individu) ;
- Distribution des questionnaires individuels auto-administrés (temps passé, semainier activités, semainier des symptômes, questionnaires santé de Santé publique France) ;

- Renseignement du questionnaire enquêteurs (descriptifs des équipements et matériaux des pièces).

Un redressement en trois étapes, suivi d'un calage sur marge (technique de redressement croisant plusieurs variables aux marges connues dans la population d'étude), a conduit à l'élaboration d'un jeu de pondération qui permet d'exprimer les résultats observés à l'échelle du parc de 29,7 millions de résidences principales en France métropolitaine continentale.

2.2. Les pesticides dans les poussières

Les pesticides sont des substances actives intégrées dans la formulation de produits pesticides et destinés à lutter contre les organismes jugés nuisibles, qu'il s'agisse de plantes, d'animaux, de champignons ou de bactéries. Ils sont utilisés dans de nombreux produits à usage domestique et professionnels pour les soins aux animaux, pour le traitement du bois, des textiles et du cuir, dans l'industrie de la peinture, etc. Certains pesticides peuvent entrer dans la composition des médicaments antiparasitaires à usage vétérinaire ou humain indiqués notamment pour l'éradication des poux, des lentes, de la gale et des tiques (ANSES 2010).

En usage agricole, les pesticides se retrouvent dans l'air ambiant lors du traitement des cultures, soit par dispersion des gouttelettes dans l'air au moment des pulvérisations, soit par volatilisation après application à partir des sols et plantes traités (évaporation des pesticides contenus dans les sols et les plantes), ou encore par érosion des sols traités sous l'action du vent (remise en suspension de particules dans l'air). Les pesticides ainsi présents dans l'air (en phase gazeuse ou en phase particulaire) sont transportés par les masses d'air et peuvent se retrouver aussi bien à la campagne que dans de grosses agglomérations à plusieurs kilomètres des terres cultivées. Dans les villes, des produits pesticides peuvent également être appliqués lors du traitement des voiries ou d'usages particuliers tels que l'entretien des arbres, plantes et jardins ou la protection contre les insectes.

Dans les environnements intérieurs, les pesticides retrouvés proviennent d'une part des produits pesticides utilisés dans un cadre domestique pour lutter contre la prolifération d'insectes volants ou rampants, produits antimites, produits antiparasitaires à usage vétérinaire ou médicamenteux, produits de traitement du bois, etc., et d'autre part du transfert depuis l'air ambiant de pesticides à usage extérieur.

Enfin, la grande majorité des substances actives sont semi-volatiles, ce qui implique qu'elles se partagent entre les différents compartiments des environnements intérieurs (phase gazeuse, phase particulaire, poussières sédimentées et surfaces). Les surfaces et poussières jouent en particulier un rôle de réservoir d'adsorption. Si bien qu'il est possible de retrouver quelquefois plusieurs années après leur utilisation, la présence de substances actives aujourd'hui interdites à la fois dans l'air et dans les poussières des environnements intérieurs.

A ce titre, les poussières représentent un milieu potentiellement vecteur d'exposition aux pesticides et plus largement aux composés organiques semi- voire non-volatils. L'ingestion involontaire de poussière, par l'intermédiaire de contacts main-bouche, ou objet-bouche, concerne particulièrement les enfants et contribue, dans des proportions variables, à l'exposition humaine aux polluants contenus dans cette poussière.

2.3. Sélection des pesticides mesurés dans les poussières

La liste de substances pertinentes à considérer dans le cadre de l'étude PestiLoge a été établie par l'Anses en s'appuyant au préalable sur des travaux de hiérarchisation issus de données provenant de l'enquête Pesti'home¹ et de l'expertise Air ambiant et Pesticides de 2017². Pour les poussières, une liste initiale de 137 substances a été proposée. La méthodologie de priorisation des substances est décrite en détail dans la note technique du 6 novembre 2018 fournie élaborée par l'Anses³. L'AMPA (CAS n° 77521-29-0) et le chlormequat chlorure (CAS n° 999-81-5) ont également été proposés au cours des discussions en amont de l'élaboration de cette liste, mais ont finalement été écartées au profit du fosétyl-aluminium.

La faisabilité de la mesure de ces substances dans les environnements intérieurs a fait l'objet de l'étude dédiée POPEI (Ramalho et al., 2020) qui s'est focalisée sur 119 substances dans le compartiment air. En complément de cette étude, une convention de recherche et développement (CRD) entre l'Anses, le CSTB et l'EHESP, PestiDust, a permis d'étudier la faisabilité et au besoin de développer les méthodes de mesure des pesticides dans les poussières (Le Bot et al., 2021). Les conclusions de cette étude sont résumées ci-après.

Parmi les 137 substances, 108 d'entre elles étaient jugées prioritaires (de niveau 1 ou 2) dans le cadre de PestiLoge et 29 autres ne l'étaient que dans le cadre de l'étude restreinte aux riverains des zones viticoles (PestiRiv). Le **Tableau 1** liste les 137 pesticides visés pour une mesure dans les poussières des logements. Les 20 substances grisées dans le tableau n'ont pas été retenues pour les raisons suivantes :

- Il s'agit de stéréoisomères qui ne peuvent pas être séparés des autres isomères également présents dans le mélange (alpha- et zeta-cyperméthrine, esbiothrine (stéréoisomère de l'alléthrine), de la gamma-cyhalothrine, de la tétraméthrine-D et méthoprène-S ;
- Les pyréthrine représentent un mélange complexe de plusieurs substances (pyréthrines variées) et du PBO difficilement analysable avec une méthode multi-résidus.
- Les tests de performances consécutifs au développement analytique se sont avérés médiocres pour les substances suivantes : abamectine, alléthrine, bromadiolone, clopyralid, cyphénothrine, dicamba, diféthialone, empenhrine, indoxacarbe, pentachlorophénol, pralléthrine, roténone, zoxamide.

Tableau 1. Liste initiale des 137 substances visées pour une mesure dans les poussières (TNV : substance thermo-sensible et/ou non volatile, SV : substance semi volatile, Pol : substance très polaire, Cu : cuivre, - : non retenu)

Substance active	N°CAS	Priorité PestiLoge	Priorité PestiRiv	Classement	Filière analytique sélectionnée
2,4-D	94-75-7	1	-	TNV	LC-MS/MS

¹ <https://www.anses.fr/fr/content/pestihome-étude-sur-les-utilisations-domestiques-des-pesticides>

² <https://www.anses.fr/fr/content/recommandations-de-l'anses-pour-la-mise-en-oeuvre-d'une-surveillance-nationale-des-pesticides>

³ Note technique du 6 novembre 2018 de l'Anses relative à la priorisation des substances à surveiller dans l'air intérieur dans le cadre de l'étude PPV « POPEI ».

Substance active	N°CAS	Priorité PestiLoge	Priorité PestiRiv	Classement	Filière analytique sélectionnée
2,4-MCPA	94-74-6	1	-	TNV	LC-MS/MS
Abamectine	71751-41-2	1	-	TNV	LC-MS/MS
Acétamipride	160430-64-8	1	-	TNV	LC-MS/MS
Acétochlore	34256-82-1	2	-	TNV	LC-MS/MS
Acrinathrine	101007-06-1	-	2	SV	GC-MS/MS
Aldrine	309-00-2	1	-	SV	GC-MS/MS
Allethrine (D-)	231937-89-6	1	-	SV	GC-MS/MS
<i>alpha-Cyperméthrine</i>	67375-30-8	-	2	-	-
Amétoctradine	865318-97-4	-	2	TNV	LC-MS/MS
Amisulbrom	348635-87-0	-	2	TNV	LC-MS/MS
Azoxystrobine	131860-33-8	-	2	TNV	LC-MS/MS
Bifenthrine	82657-04-3	1	-	SV	GC-MS/MS
Boscalid	188425-85-6	1	1	TNV	LC-MS/MS
Brodifacoum	56073-10-0	1	-	TNV	LC-MS/MS
Bromadiolone	28772-56-7	1	-	TNV	LC-MS/MS
Bromoxynil octanoate	1689-99-2	2	-	SV	GC-MS/MS
Butraline	33629-47-9	1	-	SV	GC-MS/MS
Carbaryl	63-25-2	1	-	TNV	LC-MS/MS
Carbétamide	16118-49-3	2	2	TNV	LC-MS/MS
Chlorantraniliprole	500008-45-7	-	2	TNV	LC-MS/MS
Chlorothalonil	1897-45-6	1	-	SV	GC-MS/MS
Chlorprophame	101-21-3	2	-	TNV	LC-MS/MS
Chlorpyrifos-éthyl	2921-88-2	1	-	SV	GC-MS/MS
Chlorpyrifos-méthyl	5598-13-0	1	2	SV	GC-MS/MS
cis-Chlordane	5103-71-9	1	-	SV	GC-MS/MS
Citriodiol	42822-86-6	1	-	TNV	LC-MS/MS
Clopyralid	1702-17-6	2	-	TNV	LC-MS/MS
Cuivre	7440-50-8	1	2	Cu	ICP-MS/MS
Cyazofamide	120116-88-3	-	2	TNV	LC-MS/MS
Cyfluthrine	68359-37-5	1	2	SV	GC-MS/MS
<i>Cyhalothrine (gamma-)</i>	76703-62-3	-	2	-	-
Cyhalothrine (lambda-)	91465-08-6	2	2	SV	GC-MS/MS
Cymoxanil	57966-95-7	1	1	TNV	LC-MS/MS
Cyperméthrine	52315-07-8	1	2	SV	GC-MS/MS
Cyphénothrine	39515-40-7	1	-	SV	GC-MS/MS
Cyprodinil	121552-61-2	2	2	TNV	LC-MS/MS
DEET	134-62-3	1	-	TNV	LC-MS/MS
Deltaméthrine	52918-63-5	1	2	SV	GC-MS/MS
Diazinon	333-41-5	1	-	SV	GC-MS/MS
Dicamba	1918-00-9	2	-	TNV	LC-MS/MS
Dichlobénil	1194-65-6	2	-	SV	GC-MS/MS
Dichlorprop-P	15165-67-0	1	-	TNV	LC-MS/MS
Dichlorvos	62-73-7	1	-	SV	GC-MS/MS
Dicloran	99-30-9	1	-	SV	GC-MS/MS
Dicofol	115-32-2	1	-	SV	GC-MS/MS

Substance active	N°CAS	Priorité PestiLoge	Priorité PestiRiv	Classement	Filière analytique sélectionnée
Dieldrine	60-57-1	2	-	SV	GC-MS/MS
Diéthion	563-12-2	1	-	SV	GC-MS/MS
Difénacoum	56073-07-5	1	-	TNV	LC-MS/MS
Difénoconazole	119446-68-3	2	2	TNV	LC-MS/MS
Diféthialone	104653-34-1	2	-	TNV	LC-MS/MS
Diflufenican	83164-33-4	1	-	SV	GC-MS/MS
Diméthénamide-P	163515-14-8	2	-	TNV	LC-MS/MS
Diméthoate	60-51-5	2	-	SV	GC-MS/MS
Diméthomorphe	110488-70-5	-	2	TNV	LC-MS/MS
Empenthrine	54406-48-3	1	-	SV	GC-MS/MS
Endrine	72-20-8	1	-	SV	GC-MS/MS
Epoxiconazole	133855-98-8	2	-	SV	GC-MS/MS
<i>Esbiothrine</i>	260359-57-7	2	-	-	-
Esfenvalérate	66230-04-4	-	2	SV	GC-MS/MS
Etofenprox	80844-07-1	1	2	SV	GC-MS/MS
Fénarimol	60168-88-9	1	-	SV	GC-MS/MS
Fenhexamid	126833-17-8	-	2	TNV	LC-MS/MS
Fenpropidine	67306-00-7	1	-	TNV	LC-MS/MS
Fipronil	120068-37-3	1	-	SV	GC-MS/MS
Fluazinam	79622-59-6	1	-	TNV	LC-MS/MS
Flumetraline	62924-70-3	1	-	SV	GC-MS/MS
Flumioxazine	103361-09-7	-	2	SV	GC-MS/MS
Fluopicolide	239110-15-7	-	2	TNV	LC-MS/MS
Fluopyram	658066-35-4	1	2	TNV	LC-MS/MS
Fluroxypyr (Ester 1-méthylheptyl)	81406-37-3	2	-	TNV	LC-MS/MS
Fluxapyroxad	907204-31-3	-	2	TNV	LC-MS/MS
Folpel	133-07-3	1	1	SV	GC-MS/MS
Fosétyl-aluminium	39148-24-8	2	-	Pol	HILIC-MS/MS
Glufosinate ammonium	77182-82-2	2	-	Pol	HILIC-MS/MS
Glyphosate	1071-83-6	1	1	Pol	HILIC-MS/MS
Heptachlore	76-44-8	1	-	SV	GC-MS/MS
Icaridine	119515-38-7	1	-	TNV	LC-MS/MS
Imidaclopride	138261-41-3	1	-	TNV	LC-MS/MS
Imiprothrine	72963-72-5	1	-	SV	GC-MS/MS
Indoxacarbe	173584-44-6	-	2	TNV	LC-MS/MS
Iprovalicarbe	140923-17-7	-	2	TNV	LC-MS/MS
Krésoxim-méthyl	143390-89-0	-	1	TNV	LC-MS/MS
Lénacile	2164-08-1	2	-	SV	GC-MS/MS
Lindane (gamma-HCH)	58-89-9	1	-	SV	GC-MS/MS
Malathion	121-75-5	1	-	SV	GC-MS/MS
Mépanipirim	110235-47-7	-	2	TNV	LC-MS/MS
Métalaxyl-m	70630-17-0	-	1	TNV	LC-MS/MS
Métaldéhyde	108-62-3	1	-	SV	GC-MS/MS
Métazachlore	67129-08-2	2	-	TNV	LC-MS/MS
Méthoprène	40596-69-8	1	-	TNV	GC-MS/MS

Substance active	N°CAS	Priorité PestiLoge	Priorité PestiRiv	Classement	Filière analytique sélectionnée
Méthoprène (S-)	65733-16-6	1	-	-	-
Métolachlore (S-)	87392-12-9	1	-	TNV	LC-MS/MS
Métrafénone	220899-03-6	-	2	TNV	LC-MS/MS
Métribuzine	21087-64-9	2	-	TNV	LC-MS/MS
Myclobutanil	88671-89-0	1	2	TNV	LC-MS/MS
Napropamide	15299-99-7	-	2	SV	GC-MS/MS
Oryzalin	19044-88-3	-	2	TNV	LC-MS/MS
Oxadiazon	19666-30-9	1	-	SV	GC-MS/MS
PBO (Piperonyl butoxide)	51-03-6	1	-	SV	GC-MS/MS
Pendiméthaline	40487-42-1	1	1	SV	GC-MS/MS
Pentachlorophénol	87-86-5	1	-	TNV	LC-MS/MS
Perchlordécone (Mirex)	2385-85-5	1	-	SV	GC-MS/MS
Perméthrine	52645-53-1	1	-	SV	GC-MS/MS
Phénothrine (D-)	188023-86-1	1	-	SV	GC-MS/MS
Prallethrine	23031-36-9	1	-	SV	GC-MS/MS
Prochloraze	67747-09-5	1	-	TNV	LC-MS/MS
Propiconazole	60207-90-1	1	-	SV	GC-MS/MS
Propyzamide	23950-58-5	1	2	TNV	LC-MS/MS
Prosulfocarbe	52888-80-9	1	-	TNV	GC-MS/MS
Pyraclostrobine	175013-18-0	-	2	TNV	LC-MS/MS
<i>Pyréthrines</i>	<i>8003-34-7</i>	<i>-</i>	<i>2</i>	<i>-</i>	<i>-</i>
Pyriméthanil	53112-28-0	1	2	TNV	LC-MS/MS
Pyrimicarbe	23103-98-2	1	-	TNV	LC-MS/MS
Pyriproxyfène	95737-68-1	1	-	TNV	LC-MS/MS
Quinoxifène	124495-18-7	-	1	SV	GC-MS/MS
Roténone	83-79-4	1	-	TNV	LC-MS/MS
Spiroxamine	118134-30-8	1	1	TNV	LC-MS/MS
Sulfate de cuivre	8011-63-0	1	-	Cu	ICP-MS/MS
tau-Fluvalinate	102851-06-9	-	2	SV	GC-MS/MS
Tébuconazole	107534-96-3	1	1	SV	GC-MS/MS
Tébuthiuron	34014-18-1	1	-	TNV	LC-MS/MS
Terbutryne	886-50-0	1	-	TNV	LC-MS/MS
Tétraméthrine (Phtaltrine)	7696-12-0	1	-	SV	GC-MS/MS
<i>Tétraméthrine (D-)</i>	<i>1166-46-7</i>	<i>1</i>	<i>-</i>	<i>-</i>	<i>-</i>
Thiaclopride	111988-49-9	1	-	TNV	LC-MS/MS
Thiaméthoxame	153719-23-4	-	2	TNV	LC-MS/MS
Tolyfluanid	731-27-1	2	-	SV	GC-MS/MS
trans-Chlordane	5103-74-2	1	-	SV	GC-MS/MS
Transfluthrine	118712-89-3	1	-	SV	GC-MS/MS
Triadiménol	55219-65-3	1	2	TNV	LC-MS/MS
Triallate	2303-17-5	1	-	TNV	LC-MS/MS
Triclopyr	55335-06-3	1	-	TNV	LC-MS/MS
Trifloxystrobine	141517-21-7	2	1	TNV	LC-MS/MS
Triticonazole	131983-72-7	1	-	TNV	LC-MS/MS
<i>zeta-Cyperméthrine</i>	<i>97955-44-7</i>	<i>-</i>	<i>2</i>	<i>-</i>	<i>-</i>

Substance active	N°CAS	Priorité PestiLoge	Priorité PestiRiv	Classement	Filière analytique sélectionnée
Zoxamide	156052-68-5	-	2	TNV	LC-MS/MS

En grisé : Substance finalement non retenue du fait de mauvaises performances analytiques ou bien d'impossibilité de conduire un développement analytique (*substances en italique*).

Sur les 137 substances initiales, 20 ont été écartées pour les raisons évoquées précédemment. Les 23 substances analysables, exclusivement associées à la campagne PestiRiv, sur la thématique des riverains de zones viticoles, ont également été mises de côté. L'analyse du cuivre et du sulfate de cuivre n'a également pas été retenue dans le cadre de PestiLoge. Les 92 substances restantes ont été recherchées dans les poussières des logements de la CNL2.

Le laboratoire retenu pour l'analyse des pesticides dans les poussières, le LERES, s'est prononcé sur l'analyse des 92 substances retenues. Sur les 92 substances recherchées, 48 sont analysées selon la filière GC-MS/MS, 41 avec la filière LC-MS/MS et 3 avec la filière polaire HILIC-MS/MS.

Les 92 pesticides recherchés et analysés dans les poussières des logements ont été classés selon leur mode d'action et leur famille chimique, au regard de la classification hiérarchique KEGG BRITE (<https://www.genome.jp/brite/br08007>) (**Tableau 2**). La colonne de droite indique si la substance a également fait l'objet d'une mesure dans l'air des logements.

Tableau 2. Liste des 92 pesticides recherchés et analysés dans les poussières des logements classés par famille.

Substance prioritaire	N° CAS	Famille	Mesuré dans l'air (oui = 1)
2,4-D	94-75-7	Herbicide phénoxy	0 ^a
2,4-MCPA	94-74-6	Herbicide phénoxy	0 ^b
Acétamipride	160430-64-8	Insecticide néonicotinoïde	1
Acétochlore	34256-82-1	Herbicide anilide	1
Aldrine	309-00-2	Insecticide organochloré	0
Bifenthrine	82657-04-3	Insecticide pyréthrinoloïde	1
Boscalid	188425-85-6	Fongicide amide	1
Brodifacoum	56073-10-0	Rodenticide coumarine	0
Bromoxynil octanoate	1689-99-2	Herbicide autre	1
Butraline	33629-47-9	Inhibiteur/retardateur de croissance végétale	1
Carbaryl	63-25-2	Insecticide carbamate	1
Carbétamide	16118-49-3	Herbicide carbanilate	1
cis-Chlordane	5103-71-9	Insecticide organochloré	1 ^c
trans-Chlordane	5103-74-2	Insecticide organochloré	1 ^c
Chlorothalonil	1897-45-6	Fongicide organochloré	1
Chlorprophame	101-21-3	Herbicide carbanilate	1
Chlorpyrifos-éthyl	2921-88-2	Insecticide organophosphoré	1

Substance prioritaire	N° CAS	Famille	Mesuré dans l'air (oui = 1)
Chlorpyriphos-méthyl	5598-13-0	Insecticide organophosphoré	1
Citriodiol	42822-86-6	Répulsif contre les insectes	1 ^d
Cyfluthrine (Béta)	68359-37-5	Insecticide pyréthriinoïde	1
Lambda cyhalothrine	91465-08-6	Insecticide pyréthriinoïde	1
Cymoxanil	57966-95-7	Fongicide aliphatique azoté	1
Cyperméthrine	52315-07-8	Insecticide pyréthriinoïde	1
Cyprodinil	121552-61-2	Fongicide pyrimidine	1
DEET (N,N-Diéthyl-3-méthylbenzamide)	134-62-3	Répulsif contre les insectes	1
Deltaméthrine	52918-63-5	Insecticide pyréthriinoïde	1
Diazinon	333-41-5	Insecticide organophosphoré	1
Dichlobénil	1194-65-6	Herbicide nitrile	1
Dichlorprop-P	15165-67-0	Auxine synthétique	0 ^e
Dichlorvos	62-73-7	Insecticide organophosphoré	0
Dicloran	99-30-9	Autre fongicide	1
Dicofol	115-32-2	Acaricide	1
Dieldrine	60-57-1	Insecticide organochloré	1
Diéthion	563-12-2	Insecticide organophosphoré	0
Difénacoum	53073-07-5	Rodenticide coumarine	0
Difénoconazole	119446-68-3	Fongicide conazole	1
Diflufénicanil	83164-33-4	Herbicide pyridine	1
Diméthénamide-P	163515-14-8	Herbicide amide	0 ^f
Diméthoate	60-51-5	Insecticide organophosphoré	1
Endrine	72-20-8	Insecticide organochloré	1
Epoxiconazole	133855-98-8	Fongicide conazole	1
Etofenprox	80844-07-1	Insecticide pyréthriinoïde	1
Fénarimol	60168-88-9	Fongicide pyrimidine	1
Fenpropidine	67306-00-7	Fongicide conazole	1
Fipronil	120068-37-3	Insecticide pyrazole	1
Fluazinam	79622-59-6	Fongicide pyridine	1
Flumétraline	62924-70-3	Inhibiteur/retardateur de croissance végétale	1
Fluopyram	658066-35-4	Autre fongicide	1
Fluroxypir (ester 1-méthylheptyl)	81406-37-3	Herbicide pyridine	0
Folpel	133-07-3	Fongicide dicarboximide	1
Fosétyl-Aluminium	39148-24-8	Fongicide organophosphoré	0
Glufosinate d'ammonium	77182-82-2	Herbicide organophosphoré	0
Glyphosate	1071-83-6	Herbicide organophosphoré	0
Heptachlore	76-44-8	Insecticide organochloré	1

Substance prioritaire	N° CAS	Famille	Mesuré dans l'air (oui = 1)
Icaridine	119515-38-7	Répulsif contre les insectes	1
Imidaclopride	138261-41-3	Insecticide néonicotinoïde	1
Imiprothrine	72963-72-5	Insecticide pyréthriinoïde	0
Lénacile	2164-08-1	Herbicide uracile	0
Lindane	58-89-9	Insecticide organochloré	1
Malathion	121-75-5	Insecticide organophosphoré	1
Métaldéhyde	108-62-3	Molluscicide	0
Métazachlore	67129-08-2	Herbicide pyrazole	1
Méthoprène	40596-69-8	Régulateur de croissance des insectes	0
S-Métolachlore	87392-12-9	Herbicide anilide	0 ^g
Métribuzine	21087-64-9	Herbicide triazinone	1
Myclobutanil	88671-89-0	Fongicide conazole	1
Oxadiazon	19666-30-9	Herbicide autre	1
Pendiméthaline	40487-42-1	Herbicide dinitroaniline	1
Perchlorodécone (Mirex)	2385-85-5	Insecticide organochloré	1
Perméthrine	52645-53-1	Insecticide pyréthriinoïde	1
Pipéronyl butoxide (PBO)	51-03-6	Pesticide synergique	1
Phénothrine-D	188023-86-1	Insecticide pyréthriinoïde	0
Prochloraze	67747-09-5	Fongicide amide	1
Propiconazole	60207-90-1	Fongicide conazole	1
Propyzamide	23950-58-5	Herbicide amide	1
Prosulfocarbe	52888-80-9	Herbicide thiocarbamate	1
Pyriméthanil	53112-28-0	Fongicide pyrimidine	1
Pyrimicarbe	23103-98-2	Insecticide carbamate	1
Pyriproxifène	95737-68-1	Imitateur d'hormones d'insectes juvéniles	1
Spiroxamine	118134-30-8	Autre fongicide	1
Tébuconazole	107534-96-3	Fongicide conazole	1
Tébutiuron	34014-18-1	Herbicide urée	1
Terbutryne	886-50-0	Herbicide triazine	1
Tétraméthrine	7696-12-0	Insecticide pyréthriinoïde	0
Thiaclopride	111988-49-9	Insecticide néonicotinoïde	1
Tolylfluanide	731-27-1	Fongicide amide	1
Transfluthrine	118712-89-3	Insecticide pyréthriinoïde	1
Triadiménol	55219-65-3	Fongicide conazole	1
Triallate	2303-17-5	Herbicide thiocarbamate	1
Triclopyr	55335-06-3	Herbicide pyridine	0 ^h
Trifloxystrobine	141517-21-7	Autre fongicide	1
Triticonazole	131983-72-7	Autre fongicide	1

Notes :

- a) Une autre forme de 2,4-D a été recherchée dans l'air des logements : 2,4-D (ester de 2-éthylhexyle), CAS n° 1928-43-4 ;
- b) Le 2,4-MCPA (ester de 2-éthylhexyle), CAS n° 29450-45-1, est recherché dans l'air ;
- c) Dans l'air, c'est le chlordane, mélange des deux isomères (CAS n° 57-74-9), qui est mesuré ;
- d) Le citriodiol est mesuré dans l'air des logements indépendamment des autres pesticides, par adsorption sur tube Tenax TA sur 2 heures uniquement. Les résultats ne sont pas comparables ;
- e) Le dichlorprop-2-éthylhexyl ester (CAS n° 79270-78-3) est mesuré dans l'air. Cela inclut la forme dichlorprop-p-2-éthylhexyl ester (CAS n° 865363-39-9) ;
- f) Le diméthénamide (CAS n° 87674-68-8) est recherché dans l'air des logements. Il inclut la forme diméthénamide-P (CAS n° 163515-14-8) ;
- g) Le Métolachlore (CAS n° 51218-45-2) est recherché dans l'air des logements. Il inclut la forme S-Métolachlore (CAS n° 87392-12-9) ;
- h) C'est le triclopyr (ester de butyl glycol), CAS n° 64700-56-7, qui est recherché dans l'air des logements.

3. MESURE DES PESTICIDES DANS LES POUSSIÈRES DES LOGEMENTS

3.1. Stratégie de collecte des poussières des logements

3.1.1. Stratégie générale de collecte des poussières

Avant d'entamer la description du protocole de mesure des pesticides dans les poussières, il est important d'arrêter une stratégie de collecte. Une réflexion sur cette stratégie a été menée dans le cadre des projets précédents (POPEI, Ramalho et al., 2020 ; RIVERAINS, Ramalho et al., 2020 et Pestidust, Le Bot et al., 2021) et est retranscrite ci-après.

Différentes stratégies de récupération de la poussière sédimentée au sol des environnements intérieurs sont possibles et ont été mises en place par différentes études. Elles peuvent être regroupées en deux catégories : la collecte des poussières déposées par **aspiration des surfaces** (éventuellement balayage) d'une part et par nettoyage des surfaces à l'aide d'une **lingette** d'autre part. Ces deux stratégies conduisent à une expression très différente des résultats d'analyse des substances dans la poussière. Dans le premier cas, les résultats sont exprimés en quantités par masse de poussière collectée (typiquement ng/g). Dans le second cas, les résultats sont exprimés en quantités par unité de surface nettoyée (typiquement $\mu\text{g}/\text{m}^2$). Le passage de l'un à l'autre nécessite de connaître précisément le taux d'empoussièrement des surfaces (en g/m^2) sachant que l'empoussièrement n'est pas forcément homogène sur toute la surface. Ce paramètre reste inconnu dans la grande majorité des situations et très difficile à déterminer sur le terrain. Il n'est donc pas possible de convertir des données d'analyse surfacique de poussières en analyse massique de poussières. Les conséquences sont immédiates sur la formulation des hypothèses pour l'évaluation des expositions (par exemple la quantité de poussières ingérées) ou la comparaison d'une valeur limite en $\mu\text{g}/\text{m}^2$ (cas du plomb par exemple).

Par ailleurs, les deux stratégies conduisent à un échantillonnage différent du milieu investigué. La collecte des poussières par aspiration mécanique peut concerner aussi bien une surface bien délimitée, que l'intégralité d'une pièce voire d'un logement entier. La délimitation est parfois rendue difficile, lorsqu'un même sac aspirateur vient également collecter des poussières provenant de l'extérieur, d'autres types de micro-environnements (habitacles de voitures) ou des situations spécifiques (déversements accidentels, poussières de travaux, cendres de cheminée ou de barbecue par exemple). La collecte des poussières par lingette repose par contre sur une délimitation bien établie de la surface considérée, en général à l'aide d'un gabarit de dimensions fixées au préalable. Cette stratégie ne permet pas de couvrir l'intégralité d'une pièce ou d'un logement et nécessite un échantillonnage de la surface de collecte au sein de la pièce. Etant donné l'hétérogénéité du taux d'empoussièrement des surfaces, le choix de la surface de collecte a des conséquences directes sur la quantité de poussière collectées d'autant plus si différents revêtements de surfaces coexistent dans une même pièce (par exemple tapis, moquettes). Cela se traduit également directement sur les résultats d'analyse. La stratégie de collecte par lingette pose donc des questions de **représentativité** d'autant plus prononcées que l'environnement étudié est complexe et très variable (cas d'un logement par exemple). Par contre, l'avantage indéniable de la lingette est qu'elle permet de récupérer la poussière à partir de surfaces très tortueuses comme des jouets ou les mains d'enfants.

Les deux stratégies de collecte, étant donné l'échantillonnage mis en œuvre et la surface couverte au final, entraînent des **quantités de poussières collectées différentes**. Au regard d'une surface empoussiérée, la collecte de poussières par aspiration permet de couvrir plus de surface et donc de recueillir potentiellement une masse plus importante de poussières. Il est par contre difficile d'établir pour une même surface délimitée qui de l'aspirateur ou de la lingette permet de récupérer la plus grande quantité de poussières.

La question se pose également en termes d'**efficacité de collecte** et de la représentativité granulométrique de la poussière collectée. Pour un aspirateur, l'efficacité de collecte dépend de la puissance de succion (ou dépression) exercée qui varie selon le modèle et le réglage de la puissance. La dépression mesure la capacité de l'aspirateur à "aspirer" et à soulever la poussière. Elle s'exprime en kilo Pascal (kPa). Les valeurs moyennes des dépressions des aspirateurs actuels sont d'environ 30-40 kPa pour les aspirateurs avec sacs, et d'environ 25 à 30 kPa pour les aspirateurs sans sacs. L'efficacité de collecte dépend également de la nature des revêtements de surface, un tapis ou une moquette nécessite d'exercer une dépression plus importante pour déloger les poussières qui se nichent entre les fibres de tissus. Dans le cas d'un prélèvement par lingette, l'efficacité de collecte est optimale sur une surface plane non rugueuse avec une pression exercée sur la surface suffisante pour la nettoyer. Les revêtements rugueux ou textiles (tapis, moquettes) posent plus de problèmes pour l'application efficace de la lingette. Dans ces conditions, l'efficacité de collecte de la poussière par lingette est très limitée et cette stratégie n'est pas recommandée.

En termes de **représentativité granulométrique** de la poussière collectée, la dépression exercée par les aspirateurs notamment sans sacs peut ne pas être suffisante pour aspirer les plus grosses particules ou encore les particules les plus fines particulièrement bien accrochées aux tortuosités du revêtement de surface. Par ailleurs, les particules les plus fines aspirées sont susceptibles de ne pas être suffisamment retenues au niveau du sac aspirateur, en particulier les sacs textiles. Mais c'est surtout lors de l'étape de récupération de la poussière collectée que la perte de la fraction la plus fine des poussières peut être la plus importante. En effet, les particules de poussières peuvent se retrouver enchevêtrées dans les fibres de la paroi du sac aspirateur ou adhérer aux parois du bac collecteur des aspirateurs sans sac par effet électrostatique. Enfin, la proximité du sac aspirateur (voire du bac collecteur) avec le moteur en fonctionnement peut augmenter la température de la poussière au-delà de celle de l'environnement lui-même et entraîner une perte par volatilisation de la fraction plus volatile. La fraction la plus fine de la poussière collectée et récupérée par aspirateur peut donc ne pas représenter l'intégralité des poussières fines présentes dans l'environnement. La collecte des poussières par lingette est a priori plus efficace, sans ségrégation de taille possible. Il sera toutefois difficile de récupérer les différentes fractions granulométriques de la poussière, même après une étape de digestion de la lingette. L'analyse réalisée à partir d'un prélèvement sur lingette se fait de manière globale sans possibilité de distinction d'une fraction granulométrique particulière. Alors que la poussière libre collectée par aspiration peut subir différents traitements préalables avant analyse et en particulier un tamisage pour sélectionner la fraction d'intérêt.

La stratégie de prélèvement des poussières a également des conséquences en termes d'**analyse**. La poussière libre représente déjà une matrice complexe susceptible d'interférer avec les substances à analyser. Le prélèvement par lingette vient rajouter à cette matrice le matériau constitutif de la lingette et l'eau. Une étape de séchage permet de s'affranchir de la présence d'eau au risque de perdre une partie des substances d'intérêt parmi les plus volatiles et les plus hydrosolubles. Par ailleurs, lors du prélèvement par lingette, une forme de lixiviation

des surfaces serait possible en récupérant non seulement les particules déposées mais également certaines substances propres au revêtement de surface (par exemple des plastifiants comme des phtalates pour un sol vinylique). Le prélèvement par aspirateur permet de collecter une poussière libre directement exploitable après tamisage. Ce n'est que durant l'étape de stockage de cette poussière que celle-ci serait susceptible d'être contaminée.

3.1.2. Stratégie de collecte des poussières adoptée dans les études précédentes

Un dernier impact de la stratégie de prélèvement concerne la **comparaison des résultats** avec d'autres études menées par ailleurs. La majorité des études utilise un aspirateur ou le recueil du sac aspirateur des occupants pour prélever la poussière. Ainsi, sur 16 études ayant analysé des pesticides dans les poussières, seulement cinq d'entre elles ont utilisé des lingettes (dont deux ont doublé avec une collecte des poussières par aspiration). Deux études utilisaient un aspirateur commercial pour le prélèvement des poussières, alors que neuf d'entre elles utilisaient un aspirateur légèrement (au niveau de la tête de prélèvement ou du recueil des poussières) ou complètement modifié. Deux études ont récupéré directement le sac aspirateur des ménages.

Pour les deux études qui ont réalisé un prélèvement de poussières à la fois par lingette et aspirateur, seuls quelques pyréthrinoïdes ont été analysés parmi les pesticides recherchés. Il s'agit de la cyperméthrine (Raffy et al., 2017 ; Lee et al., 2018), de la deltaméthrine et de la cyfluthrine (Raffy et al., 2017). Lee et al. (2018) trouve une fréquence de détection plus élevée en cyperméthrine sur lingette (14 %, LD = 1 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$, n = 25) comparativement au prélèvement de poussières avec un aspirateur modifié (10 %, LD = 1 ng/g, sans tamisage et prise d'essai de 50 mg, n = 25). Mais, les concentrations de cyperméthrine (extrait par acide nitrique aux ultrasons et analysé par GC avec détecteur à capture d'électron) étaient plus élevées dans la poussière d'aspirateur (8 ng/g en moyenne, maximum de 75 ng/g) par rapport à la lingette (1 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ en moyenne, maximum de 7 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$) relativement à leur limite de détection respective. Dans l'étude de Raffy et al. (2017) menée dans 30 écoles, la deltaméthrine et la cyfluthrine n'ont jamais été quantifiés ni par prélèvement sur lingette (LQ = 40 ng/m², n = 81) ni par recueil de poussières avec un aspirateur modifié (LQ = 66 ng/g, fraction tamisée à 100 μm , prise d'essai de 200 mg, n = 89). La cyperméthrine a été quantifiée dans 4,5 % des prélèvements par aspirateur (concentration maximale de 2470 ng/g) contre 1,2 % dans les lingettes (maximum de 1442 ng/m²). La même tendance est en général observée pour les autres substances mesurées. Les substances étaient extraites par ASE et analysées par GC-MS/MS (Mercier et al., 2014).

Dans le cadre de la campagne Plomb-Habitat (Glorennec et al., 2015), un prélèvement par lingettes a été réalisé dans différents points des logements investigués pour l'analyse des métaux et en particulier du plomb dans les poussières (Glorennec et al., 2012). Le sac aspirateur des ménages a été collecté dans un sous-échantillon de 145 logements (après validation du recueil) et c'est sur ce prélèvement de poussières, après tamisage à 100 μm , que l'analyse de composés organiques semi-volatils dont certains pesticides (en particulier cyperméthrine, deltaméthrine et cyfluthrine), a pu être menée au travers du projet ECOS-POUSS (Mandin et al., 2014). Les fréquences de détection étaient de 55 % (deltaméthrine, LD = 13,2 ng/g), 51 % (cyfluthrine, LD = 5,3 ng/g) et 46 % (cyperméthrine, LD = 10,5 ng/g). Par contre, la fréquence de quantification n'était que de 10 % pour la deltaméthrine (LQ de 26,3 ng/g et concentration max de 25 250 ng/g), de 28 % pour la cyfluthrine (LQ de 13,2 ng/g

et concentration max de 2 084 ng/g), et de 47 % pour la cyperméthrine (LQ de 26,3 ng/g et concentration max de 24 680 ng/g).

Dans la campagne nationale écoles (CNE 2013-2017) de l'OQAI (Dassonville et al., 2018, 2020), les poussières au sol ont été collectées dans 599 salles de classe représentant 307 écoles, mais les analyses de pesticides n'ont pu être réalisées que dans 564 échantillons (292 écoles).

Les poussières ont été collectées par un technicien avec un aspirateur (Siemens Z 5.0 extreme power edition) dans une cartouche en cellulose qui était insérée dans le tuyau grâce à un support en aluminium. Un embout en téflon était utilisé pour éviter de contaminer les prélèvements notamment en phtalates (*Figure 3*). L'aspirateur était ensuite passé à une vitesse d'environ 2 minutes par m² sur une surface minimum de 10 m². Une fois les poussières aspirées, la cartouche en cellulose était disposée dans un flacon en verre brun préalablement nettoyé au dichlorométhane. Le flacon était ensuite placé dans une pochette réfrigérée et envoyé au laboratoire d'analyse.



Figure 3 : Matériel de prélèvement pour le passage de l'aspirateur : cartouche en cellulose, flacon brun et embout en téflon.

Les poussières récoltées sont ensuite pesées puis tamisées à 100 µm à l'aide d'un tamis en inox pour éliminer les débris. L'échantillon est ensuite congelé à -18 °C jusqu'à l'analyse. Une prise d'essai de 2 mg est ensuite analysée par TD-GC-MS/MS (Mercier et al., 2020). Les échantillons sont ensuite stockés à -20 °C au laboratoire.

Quarante-six COSV ont été analysés par TD-GC-MS/MS, parmi lesquels 12 pesticides (aldrine, dieldrine, 4,4'-DDE, 4,4'-DDT, alpha-HCH, lindane, alpha-endosulfan, chlorpyriphos éthyl, diazinon, oxadiazon, perméthrine et triclosan). Sur ces 12 pesticides, 7 sont également mesurés dans les poussières des logements dans le cadre de PestiLoge. Le pesticide le plus souvent détecté était la perméthrine dans 100 % des écoles (LD = 25 ng/g), suivie du lindane (98 %, LD = 5 ng/g) et de l'oxadiazon (94 %, LD = 2,5 ng/g). La dieldrine était détectée dans 50 % des cas (LD = 5 ng/g) et le chlopyriphos-éthyl dans 25 % des écoles (LD à 50 ng/g). Enfin,

l'aldrine et le diazinon étaient détectés dans moins de 10 % des écoles (respectivement 8 %, LD de 5 ng/g et 4 %, LD de 50 ng/g).

Dans le cadre du projet POPEYE (APR Anses) menée par l'INERIS (2017), 61 foyers de l'étude pilote ELFE ont été sollicités pour mettre en place par eux-mêmes un prélèvement de poussières à leur domicile à l'aide de leur aspirateur ménager, avec un sac aspirateur universel spécifique mis à leur disposition pour l'étude. L'objectif était de déterminer le niveau d'exposition aux pesticides dans leur environnement et de tester la faisabilité d'une mise en œuvre du prélèvement par les occupants. Les familles bien que non initialement prévenues étaient déjà dans des dispositions favorables pour de nouvelles sollicitations. Malgré cela, seuls 21 familles ont renvoyé un échantillon (taux de retour de 34 %). La procédure de recueil des poussières dans les logements courait sur une durée de 6 semaines. Les consignes et le kit de collecte (*Figure 4*) étaient envoyés par voie postale. Le transport et le stockage de la poussière collectée étaient réalisés à température ambiante, la durée de stockage pouvant atteindre 3 mois.

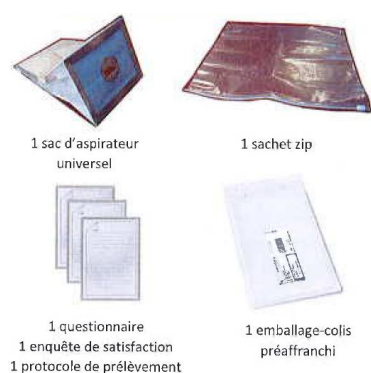


Figure 4 : Kit de collecte de poussières envoyés aux familles dans le cadre du projet POPEYE (Ineris, 2017).

La poussière était tamisée à 800 μ m avant analyse avec une prise d'essai variable de 1,3 à 6 g. Cinquante et un (51) pesticides étaient recherchés parmi lesquels 24 substances de la liste PestiLoge : 2,4-D, aldrine, cis- et trans-chlordane, chlorothalonil, chlorpyriphos-éthyl, chlorpyriphos-méthyl, cyperméthrine, deltaméthrine, diazinon, dieldrine, diflufénicanil, endrine, fipronil, folpel, lambda-cyhalothrine, lindane, malathion, métolachlore, oxadiazon, mirex, pendiméthaline, perméthrine et tébuconazole. L'extraction était réalisée à l'acétonitrile avec une analyse par GC-MS pour ces substances. Les limites de quantification variaient entre 24 ng/mL pour la deltaméthrine jusqu'à 1310 ng/mL pour le chlorothalonil, ce qui correspond à une LQ variable de 6 à 61 ng/g de poussières pour la deltaméthrine et à une LQ de 332 à 3330 ng/g pour le chlorothalonil selon la prise d'essai. Sur les 24 substances communes avec PestiLoge, seules 9 d'entre elles ont été quantifiées au moins une fois dans les 21 foyers : pendiméthaline (76 %), cyperméthrine (38 %), fipronil (24 %), diflufénicanil et tébuconazole (10 %), deltaméthrine, dieldrine, lindane et oxadiazon (5 %).

3.1.3. Mode de collecte des poussières

Au regard de l'ensemble des éléments présentés dans la section précédente, la stratégie de prélèvement recommandée repose sur le recueil des poussières par aspirateur. Selon les objectifs de l'étude, différentes manières de procéder restent possibles :

- **Recueillir le sac aspirateur des occupants sans consignes préalables.** Cette stratégie suppose que le foyer dispose d'un aspirateur et que celui-ci utilise des sacs aspirateurs. Les occupants décident de la manière de procéder à leur rythme habituel de nettoyage, ainsi que des surfaces aspirées. Il n'y a pas de contrôle sur l'espace à aspirer, ce qui peut poser des problèmes de représentativité lorsque d'autres micro-environnements sont intégrés. Par ailleurs, la poussière collectée peut avoir un temps de séjour plus ou moins long dans le sac aspirateur. Enfin, la représentativité temporelle de l'échantillon reste difficile à établir. La poussière peut aussi bien représenter le prélèvement du jour ou de la veille que différents prélèvements intégrés sur plusieurs semaines. L'aspirateur ménager utilisé détermine pour chaque foyer une efficacité de collecte potentiellement différente et une contamination potentielle de l'échantillon sur certaines familles de substances (par exemple métaux et phtalates constitutifs des accessoires de l'aspirateur), mais cette possible contamination ne concerne a priori pas les pesticides.
- **Recueillir la poussière à partir d'aspirateur sans sacs des occupants sans consignes préalables.** Cette stratégie s'applique lorsque le foyer ne dispose pas d'un aspirateur avec sacs. Les mêmes observations que précédemment peuvent être faites, si ce n'est que le temps de séjour de la poussière dans l'aspirateur est sensiblement plus court, le bac collecteur de poussière étant en général vidé après chaque utilisation. Cela pose des contraintes lors des interventions sur site sans consignes préalables avec une poussière collectée qui n'est plus du tout accessible au moment de l'enquête.
- **Recueillir la poussière par balayage des surfaces.** Cette stratégie potentielle concerne les foyers qui ne disposent d'aucun type d'aspirateur. Ils pourraient représenter près de 10 % de la population. Le balayage permet de collecter la poussière. Mais, cette technique est moins efficace pour la collecte de la fraction la plus fine des poussières (qui peut-être la plus intéressante du point de vue analytique). Néanmoins, contrairement aux aspirateurs où la poussière collectée est située à proximité du moteur qui chauffe, la poussière balayée n'est pas chauffée et donc est moins sujette à la volatilisation des substances les plus volatiles. Pour des raisons d'homogénéité du prélèvement avec les autres foyers et de manque de contrôle sur la granulométrie collectée, cette option est écartée et tout foyer qui ne dispose pas d'un aspirateur n'est pas éligible pour la collecte de poussières.
- **Faire réaliser le prélèvement de poussières par les occupants avec des consignes.** L'accent est mis ici sur les consignes données à l'occupant. L'occupant utilise son aspirateur ménager avec son propre sac aspirateur neuf ou bien un sac fourni pour l'occasion sur une surface ou des pièces prédéterminées et sur une période bien définie à une fréquence qui peut être imposée. Dans le cas d'un aspirateur sans sac, il dispose d'un sachet spécifique de collecte dans lequel il transvase au fur et à mesure la poussière collectée. Le matériel utilisé est celui du foyer avec les désavantages déjà mentionnés précédemment. Il y a toujours un risque que les occupants ne suivent pas les consignes. L'avantage est que l'on dispose d'un meilleur contrôle de la représentativité spatiale et temporelle de la poussière collectée.

- **Réaliser le prélèvement de poussières par des techniciens équipés de leur propre matériel.** C'est l'option qui maximise le contrôle des paramètres de prélèvement. Elle permet d'utiliser un matériel modifié et adapté aux besoins de l'étude, et une meilleure application des consignes. Le seul désavantage est que le prélèvement se fait obligatoirement durant l'intervention du technicien sur site, sur une durée généralement courte et par conséquent ne permet pas le recueil d'une quantité de matière élevée. Ce qui peut être problématique pour l'analyse des composés présents à des concentrations très faibles et disposant d'une limite de détection parfois élevée.

3.1.4. Estimation du nombre de foyers sans aspirateurs ou avec aspirateurs sans sacs

En France, différents types d'aspirateurs sont disponibles pour les ménages (source : Gifam, groupement des marques d'appareils pour la maison, <http://www.gifam.fr>).

- **Les aspirateurs traîneaux** sont des appareils composés d'un caisson dans lequel figurent notamment le moteur ainsi que le réceptacle de poussières, qui est relié par l'intermédiaire d'un tuyau flexible à un tube au bout duquel est fixé un suceur. Le caisson reposant sur plusieurs roulettes, celui-ci peut ainsi suivre l'utilisateur dans ses déplacements. Certains appareils plus petits que l'on appelle « compacts » sont particulièrement adaptés à l'entretien de petites surfaces ou des escaliers.
- **Les aspirateurs traîneaux sans sac** permettent d'éviter d'avoir à changer de sac à poussières. Ils sont pourvus d'un collecteur qu'il faut retirer régulièrement pour vider les poussières dans la poubelle à déchets ménagers.
- **Les aspirateurs balais** sont des appareils comportant le moteur, le réceptacle à poussières ainsi que le suceur, placés sur un même axe. Ils sont facilement manipulables et peuvent fonctionner avec fil ou sans fil. Seuls 3 % des foyers en sont équipés en 2018 (Kantar TNS).
- **Les aspirateurs robots** sont des appareils sans fil destinés à être programmés pour fonctionner de manière autonome. Ils dépoussièrent ainsi des surfaces sans intervention de l'utilisateur, puis regagnent leurs stations pour recharger automatiquement leurs accumulateurs électriques. L'utilisateur doit vider régulièrement leur réceptacle à poussières dans la poubelle à déchets ménagers. Ils équipent 2 % des foyers en 2018 (Kantar TNS).
- **Les aspirateurs seaux** sont destinés à nettoyer des surfaces comportant des éléments autres que des poussières (liquides, cendres, gravats etc.). Ils sont généralement utilisés dans le garage ou à l'extérieur. Ils sont « sans sac ».
- **Les nettoyeurs vapeur (traîneaux ou balais)** combinent pression et vapeur d'eau. Ils sont destinés à nettoyer les sols durs, les vitres. Certains dits « mixtes » permettent d'aspirer la poussière avant de nettoyer la surface à la vapeur. Ils sont présents dans 21 % des ménages en 2018 (Kantar TNS).

En 2011, les aspirateurs traineaux étaient présents dans 75 % des foyers français (soit 21 millions d'appareils). Le parc se composait alors de 74 % d'aspirateurs avec sac et 26 % d'aspirateurs sans sac (source GfK). En 2014, le taux d'équipement en aspirateurs en France est passé à 91 % (source GfK Temax, industriels du secteur). Au cours de l'année 2017, 91 % des foyers sont équipés d'aspirateurs (source : Insee, enquête Budget de famille 2017) dont 83 % des foyers qui possèdent un aspirateur traineau avec ou sans sac. Chez les aspirateurs traineaux, l'aspirateur sans sac dominerait le marché, avec 58 % des parts de marché contre 42 % pour les aspirateurs avec sac, selon les chiffres (site internet GfK 2017). En 2018, les aspirateurs traineaux (avec ou sans sacs) étaient présents dans 77 % des foyers. Sur l'année 2020, l'aspirateur traineau équipait 85 % des français, l'aspirateur balai 15 % des ménages et l'aspirateur robot 5 % (source : <https://www.lsa-conso.fr/les-aspirateurs-menent-toujours-la-danse.364888>).

Un seul ménage possède en moyenne 2,5 appareils pour l'entretien des sols (source Gifam, 2019).

En conclusion, le taux d'équipement des ménages en aspirateur s'est stabilisé à plus de 90 % depuis 2014. De fortes variations sont observées selon les modèles avec une augmentation des aspirateurs balais et robots. La part d'aspirateur sans sac a considérablement augmenté depuis 2011, même si elle reste difficile à établir aujourd'hui. On peut estimer qu'elle représente environ 50 % des foyers en considérant qu'ils l'utilisent en tant qu'aspirateur principal, sans doute plus sinon. Cette donnée est à prendre en compte dans la stratégie de récupération des poussières.

3.1.5. Types de sac aspirateur

Les sacs aspirateurs sont étroitement associés à un modèle particulier d'aspirateur. Ils peuvent être en microfibres ou en papier. En autorisant la récupération du sac d'aspirateur de l'occupant, on se permet de collecter une grande variété de sacs aspirateurs.

La matière synthétique en fibres entrecroisées de certains sacs aspirateurs présente le risque de piéger une partie de la poussière qui serait difficilement récupérable par le laboratoire. Des sacs en papier sont en général préférables pour l'analyse. C'est cette option qui a été retenue par l'INERIS dans l'étude POPEYE en 2017 (Ineris, 2017), où des particuliers devaient installer ce sac générique ou bien à défaut envoyer leur propre sac après 6 semaines d'utilisation.

Les principales contraintes de l'utilisation d'un sac universel résident pour chaque cas dans la manipulation de l'adaptateur et sa mise en place sur la languette d'un sac préalablement utilisé par l'occupant, le récupérer pour le refixer à nouveau sur un nouveau modèle de languette dans un autre logement et ainsi de suite. Cette manipulation par l'enquêteur ou bien l'occupant accroît le temps d'intervention dans le logement déjà conséquent au vu des autres paramètres et informations à recueillir dans le cadre de la CNL2.

3.1.6. Transport de la poussière

Le sac aspirateur contenant la poussière est fragile et n'est pas étanche. Il doit être transvasé dans un sachet refermable qui évite de perdre de la poussière et qui doit également éviter la contamination de la poussière collectée. Le sachet est également nécessaire pour recueillir la

poussière libre du bac collecteur des aspirateurs sans sacs. C'est ce sachet de collecte qui doit être préalablement étiqueté avec l'identifiant correspondant au ménage enquêté.

Le sachet de collecte doit pouvoir s'ouvrir facilement et bien contenir la poussière sans qu'une partie ne s'échappe. Les sachets plastiques à ouverture zip semblent idéales pour cela. L'ouverture doit être suffisamment grande pour pouvoir introduire le sac rempli de poussière ou verser la poussière du réservoir d'un aspirateur sans sac. Par exemple, le réservoir d'un aspirateur sans sac Dyson type V8 de diamètre 10 cm (capacité environ 1 L) présente un périmètre de 31 cm. L'utilisation de grands sachets de dimensions 35 x 45 cm à fermeture par pression (zip) est donc recommandée pour la collecte des poussières.

Plusieurs contraintes de l'utilisation du sachet plastique zip peuvent être soulignées :

- La difficulté de verser la poussière correctement dans le sachet. Selon les modèles d'aspirateurs sans sac, les réservoirs peuvent être de taille variables ou munis d'un opercule qui peuvent rendre difficile le versement de la poussière dans le sachet. C'est un point de vigilance.
- Le plastique du sachet (polyéthylène de 50 ou 60 µm) peut représenter une contamination potentielle de la poussière par des adjuvants rajoutés au plastique (phtalates). L'étude de Blanchard et al. (2014b) montre que le stockage de poussières directement dans un sachet en polyéthylène à 5 °C ou à 20 °C n'a pas d'influence significative sur la concentration de 16 pesticides jusqu'à 1 mois (voir le point sur la conservation des poussières pour plus de détails). Les auteurs recommandent néanmoins dans la mesure du possible de conserver la poussière à -18 °C dans un récipient en verre dans le noir (pour une stabilité d'au moins 6 mois). Ces essais montrent que le sachet plastique peut représenter une alternative pour le transport de poussières jusqu'au laboratoire. L'Ineris dans son étude POPEYE (Ineris, 2017) a également utilisé des sachets plastiques pour le transport des sacs aspirateurs en conditions ambiantes. Pour la campagne Plomb-habitat, les sacs aspirateurs étaient transportés dans des sacs plastiques simples en polyéthylène.
- Le caractère électrostatique du sachet plastique pourrait éventuellement nuire à la récupération des particules collectées. Les plus fines resteraient collées aux parois. Ni l'INERIS, ni l'étude de Blanchard et al. (2014) ne spécifient avoir observé ce problème. La bonne conservation des pesticides de la poussière en sachets plastiques milite pour un effet faible sur le résultat final.
- Le sachet plastique est hémiperméable et des échanges de substances gazeuses ou une perte des molécules les plus volatiles pourraient survenir. Les résultats de conservation menés par l'étude de Blanchard et al. (2014) sont plutôt encourageants et minimisent ces effets.
- Les sachets plastiques disponibles de grande dimensions sont exclusivement transparents. Les sachets en aluminium, en papier Kraft ou en plastique opaque facilement refermables ne sont pas disponibles en grandes dimensions.
- Le sachet étant de grande dimension, son ouverture fait entrer beaucoup d'air qu'il est nécessaire de chasser au risque de provoquer l'ouverture du sachet lors de son transport du fait d'une pression excessive exercée sur un sac un peu gonflé. Une fois l'échantillon introduit dans le sachet, ce dernier est délicatement replié ou roulé sur lui-même pour qu'il prenne moins de place.

Au final, malgré les contraintes, le sachet plastique est adapté à la collecte des poussières ou du sac aspirateur pour un transfert vers le laboratoire en charge de la pesée/analyse sur une durée inférieure à 1 mois à température ambiante.

Le sachet plastique sélectionné pour le transport des poussières est composé de 3 couches : une couche externe en polyester antistatique, une couche intermédiaire métallisée en aluminium (protection des décharges électrostatiques) et une couche interne en polyéthylène antistatique (**Figure 5**). L'épaisseur de la paroi du sachet est de 77 µm avec un facteur de transmission de la lumière de 40 %. Le sachet dispose d'une fermeture zip. Aucun équivalent de ce type de sachet complètement opaque n'a pu être trouvé.



Figure 5 : Sachet plastique semi-opaque utilisé pour le transport du sac aspirateur et/ou de la poussière libre (HIGHSHIELD® - Metallized ESD Shielding Bag) – dimensions 35 x 45 cm.

Pour éviter au prestataire en charge de l'enquête de stocker les échantillons avant envoi, il est préférable de procéder à l'envoi de l'échantillon immédiatement (1 colis = 1 échantillon). Si le prestataire est amené à récupérer plusieurs échantillons dans la même journée ou sur quelques jours, il doit conserver les échantillons au frais et à l'obscurité. Il peut ensuite les combiner dans un seul envoi par colis.

Le matériau du sachet aluminisé de collecte peut ne pas être exempt de contamination. La vérification de l'éventuelle contamination de la poussière par le sachet plastique semi-opaque utilisé a été réalisée par le laboratoire LERES. Cette vérification se fait en intégrant une poussière neutre dans le sac (Celite®, poussière de diatomée) dans les sachets qui sont ensuite soumis à différentes conditions (1 mois à température ambiante, 1 mois à 37 °C et plusieurs mois au congélateur) et en analysant ensuite cette poussière dans les différentes conditions.

Les résultats pour l'ensemble des filières d'analyse des substances polaires, semi-volatiles et du cuivre n'ont montré aucune trace de contamination apportée par les sachets aluminisés ziplock sur une matrice de type celite (terre de diatomée constituée de particules de silice).

Dans le cadre du futur projet Cocopop (Impact des Conditions de Conservation/transport des Poussières sur les Pesticides) porté par le laboratoire Leres en partenariat avec l'Anses et le CSTB, il est prévu de poursuivre ces investigations en analysant l'influence du contenant utilisé sur une poussière composite chargée en pesticides et ce à différentes conditions de stockage (durée et température variables).

3.1.7. Temps de séjour de la poussière dans le logement

La poussière dans le logement peut s'être déposée sur les surfaces à des moments différents. Elle peut aussi bien rester sur les surfaces sur des périodes longues que courtes en fonction de la fréquence de nettoyage de ces surfaces. Durant cette période, elle est soumise à différentes sollicitations et expositions qui peuvent venir altérer sa composition

(photodégradation, biodégradation, volatilisation, etc.). La poussière collectée dans le logement n'est donc pas forcément jeune et a pu être exposée à différentes situations. Elle est restée déposée sur les surfaces à température ambiante sur une durée de quelques jours à quelques semaines dans le cas d'une fréquence de nettoyage qui n'est pas quotidienne, généralement le cas des logements.

De même, la poussière une fois aspirée reste stockée un certain temps dans le sac aspirateur voire dans le bac collecteur. Durant cette période supplémentaire de stockage, la composition chimique (et biologique) de la poussière peut continuer à évoluer.

La poussière du logement n'est considérée comme un échantillon qu'à partir du moment où elle est séparée de l'environnement du logement ou de l'aspirateur qui l'a aspirée. Le temps de séjour préalable de la poussière dans son environnement ou dans un aspirateur n'est pas forcément connu et peut difficilement être contrôlé.

Lorsqu'un événement comme un épandage ou l'utilisation du produit pesticide peut venir contribuer à la composition chimique de la poussière, on voit que le laps de temps entre le moment où l'épandage survient (en considérant un événement ponctuel) et le passage de l'aspirateur peut potentiellement influencer les résultats d'analyse. De la même façon, la fréquence de nettoyage avec un aspirateur doit être suffisante pour collecter ces poussières « chargées ». Les résultats d'analyse d'un logement seront sans doute différents si l'aspirateur est passé juste une fois en début de semaine par rapport à une aspiration plus régulière des surfaces ou encore un passage de l'aspirateur en toute fin de la période d'enquête, au regard d'usage de produits survenus sur la semaine.

3.1.8. Conservation des poussières collectées

Au regard des considérations sur le temps de séjour préalable de la poussière dans le logement ou dans l'aspirateur, l'influence de la durée de stockage ou même de la température de stockage sur la poussière collectée est toute relative. Néanmoins, il faut s'attacher ici à conserver autant que faire se peut l'intégrité de l'échantillon collecté pour éviter principalement de le contaminer ou de l'exposer à des températures supérieures à celles du logement investigué (> 25 °C par exemple). Pour une substance facilement photo- ou biodégradable, il est fort probable que celle-ci ne soit déjà plus présente qu'en faibles quantités dans l'échantillon de poussières collectées.

Les travaux menés conjointement entre l'EHESP, le LERES et le CSTB sur le stockage des COSV ont montré que la conservation de la poussière directement dans un sachet plastique à température réfrigérée, ambiante ou chaude n'a en général pas ou peu d'incidence significative sur le taux de récupération des pesticides en particulier sur la cyperméthrine et la cyfluthrine (**Tableau 3**, **Tableau 4** et **Tableau 5**, Blanchard et al., 2014).

Tableau 3 : Tests de conservation d'une poussière composite stockée **dans un sachet polyéthylène zip** à 5 °C (extrait du matériel supplémentaire de l'article Blanchard et al. (2014) avec les écarts $|\Delta C| > 25\%$ surlignés en gris pour les pesticides et en rouge lorsque $|\Delta C| > 3 \times CV$ à T_0 (correspondant à la variation initiale))

Composés	CV ^a	T ₀	7 jours		15 jours		1 mois		3 mois		6 mois	
	(%)	C ^b (ng/g)	C (ng/g)	ΔC ^c (%)	C (ng/g)	ΔC (%)	C (ng/g)	ΔC (%)	C (ng/g)	ΔC (%)	C (ng/g)	ΔC (%)
4,4'-DDE	16	113	108	-4	105	-6	103	-8	99	-12	71	-37
4,4'-DDT	19	161	164	+2	133	-17	159	-2	153	-5	98	-39
Aldrine	14	437	398	-9	403	-8	351	-20	255	-42	151	-66
cis-Chlordane	19	86	102	+18	96	+12	102	+19	81	-6	60	-30
trans-Chlordane	21	173	200	+16	190	+10	199	+15	146	-15	119	-31
Chlorpyriphos-éthyl	24	166	177	+7	186	+12	163	-2	138	-17	156	-6
Cyfluthrine	11	2400	2305	-4	1703	-29	2226	-7	2200	-8	2129	-11
Cyperméthrine	11	2752	2633	-4	2683	-3	2324	-16	2409	-12	2436	-11
Diazinon	14	249	267	+7	254	+2	233	-7	180	-28	141	-44
Dieldrine	18	198	202	+2	209	+6	180	-9	182	-8	139	-30
alpha-HCH	10	46	42	-7	43	-6	34	-25	30	-33	19	-57
Heptachlore	19	58	57	-2	54	-8	57	-3	44	-25	30	-49
Lindane	14	709	730	+3	727	+3	632	-11	576	-19	417	-41
Perméthrine	10	5969	5908	-1	5531	-7	5515	-8	5554	-7	5021	-16
Tétraméthrine	13	222	176	-20	197	-11	162	-27	213	-4	159	-28
Tributyl phosphate	11	247	247	+0	248	0	206	-17	225	-9	203	-18

^a CV : Coefficient de variation % ; ^b C : Concentration en ng/g (moyenne de 3 réplicats) ; ^c ΔC : Différence en % entre concentrations de la poussière composite à T₀ (avant stockage) et la poussière analysée à une durée de stockage donnée.

Tableau 4 : Tests de conservation d'une poussière composite stockée **dans un sachet polyéthylène zip** à 20 °C (extrait du matériel supplémentaire de l'article Blanchard et al. (2014) avec les écarts $|\Delta C| > 25\%$ surlignés en gris pour les pesticides et en rouge lorsque $|\Delta C| > 3 \times CVT_0$ (correspondant à la variation initiale))

Composés	CV ^a	T ₀	7 jours		15 jours		1 mois		2 mois	
	(%)	C ^b (ng/g)	C (ng/g)	ΔC ^c (%)	C (ng/g)	ΔC (%)	C (ng/g)	ΔC (%)	C (ng/g)	ΔC (%)
4,4'-DDE	16	113	109	-3	129	+15	93	-17	107	-5
4,4'-DDT	19	161	209	+29	273	+69	213	+32	256	+59
Aldrine	14	437	455	+4	394	-10	264	-40	287	-34
cis-Chlordane	19	86	99	+15	113	+32	72	-16	94	+9
trans-Chlordane	21	173	176	+2	204	+18	132	-23	176	+2
Chlorpyriphos-éthyl	24	166	213	+28	238	+43	105	-37	222	+34
Cyfluthrine	11	2400	3057	+27	2809	+17	2878	+20	2694	+12
Cyperméthrine	11	2752	3568	+30	3122	+13	3137	+14	3114	+13
Diazinon	14	249	291	+16	233	-7	184	-26	210	-16
Dieldrine	18	198	214	+8	225	+14	183	-7	200	+1
alpha-HCH	10	46	43	-5	38	-17	33	-28	31	-32
Heptachlore	19	58	78	+33	69	+17	43	-27	59	0
Lindane	14	709	777	+10	740	+4	545	-23	637	-10
Perméthrine	10	5969	6646	+11	6078	+2	6914	+16	6051	+1
Tétraméthrine	13	222	274	+24	264	+19	269	+21	262	+18
Tributyl phosphate	11	247	284	+15	274	+11	242	-2	236	-5

^a CV : Coefficient de variation % ; ^b C : Concentration en ng/g (Moyenne de 3 réplicats) ; ^c ΔC : Différence en % entre concentrations de la poussière composite à T₀ (avant stockage) et la poussière analysée à une durée de stockage donnée.

Tableau 5 : Tests de conservation d'une poussière composite stockée **dans un sachet polyéthylène zip** à 35 °C (extrait du matériel supplémentaire de l'article Blanchard et al. (2014) avec les écarts $|\Delta C| > 25\%$ surlignés en gris pour les pesticides et en rouge lorsque $|\Delta C| > 3 \times CV T_0$ (correspondant à la variation initiale))

Composés	CV ^a	T ₀	7 jours		15 jours		1 mois		2 mois	
	(%)	C ^b (ng/g)	C (ng/g)	ΔC^c (%)	C (ng/g)	ΔC (%)	C (ng/g)	ΔC (%)	C (ng/g)	ΔC (%)
4,4'-DDE	16	113	101	-10	106	-6	59	-48	59	-47
4,4'-DDT	19	161	149	-8	234	+45	153	-5	152	-6
Aldrine	14	437	300	-31	210	-52	122	-72	136	-69
cis-Chlordane	19	86	84	-2	89	+4	50	-42	48	-44
trans-Chlordane	21	173	155	-11	167	-4	75	-56	105	-39
Chlorpyrifos-éthyl	24	166	208	+25	227	+37	123	-26	147	-12
Cyfluthrine	11	2400	2996	+25	2689	+12	2572	+7	2298	-4
Cyperméthrine	11	2752	3144	+14	3062	+11	3001	+9	2921	+6
Diazinon	14	249	219	-12	159	-36	111	-55	134	-46
Dieldrine	18	198	180	-9	177	-11	120	-39	110	-44
alpha-HCH	10	46	28	-38	21	-54	16	-66	17	-63
Heptachlore	19	58	55	-5	42	-28	22	-62	35	-41
Lindane	14	709	591	-17	467	-34	324	-54	348	-51
Perméthrine	10	5969	6619	+11	5614	-6	6163	+3	5133	-14
Tétraméthrine	13	222	258	+16	265	+20	242	+9	219	-1
Tributyl phosphate	11	247	243	-2	235	-5	210	-15	209	-16

^a CV : Coefficient de variation %; ^b C : Concentration en ng/g (Moyenne de 3 réplicats) ; ^c ΔC : Différence en % entre concentrations de la poussière composite à T₀ (avant stockage) et la poussière analysée à une durée de stockage donnée.

La comparaison des écarts observés par rapport à la concentration initiale ($|\Delta C|$) avec le coefficient de variation initial (CV_{T_0}) qui représente l'incertitude de la mesure, permet de déterminer si cet écart peut être attribué à la seule incertitude de la mesure ou non. Dans ce dernier cas, l'influence des conditions de stockage est considérée en être la cause. Certains pesticides comme le 4,4'-DDT et le chlorpyrifos-éthyl semblent plus affectés par un stockage à 20 °C tout au long de la période, avec notamment des variations positives de concentration qui peuvent être liées à une modification de l'effet matrice (interférences spécifiques à l'analyse de ces substances). Les conditions de stockage à 35 °C affectent plus particulièrement l'aldrine ou le lindane mais finalement assez peu la cyperméthrine et la cyfluthrine.

L'information sur l'influence des conditions de stockage (durée, température et contenant) n'est pas disponible pour la grande majorité des autres pesticides. Des essais complémentaires sont actuellement menés sur ces substances dans le cadre du projet Copopop (Impact des Conditions de Conservation/transport des Poussières sur les Pesticides) piloté par l'EHESP en partenariat avec l'Anses et le CSTB et qui vient de démarrer début 2024. Cette influence est sans doute minime devant l'impact en tout premier lieu du temps de séjour dans le logement, mais elle reste à vérifier.

Le temps de parcours de l'échantillon de poussière du logement au laboratoire est estimé à moins de 7 jours (sauf dysfonctionnement marqué au niveau de la procédure d'envoi des échantillons ou délais imputables aux services chronopost). Sur cette durée, l'écart maximal de concentration serait de l'ordre de 30 % pour les pesticides les plus affectés, ce qui reste encore raisonnable.

3.1.9. Pesée et tamisage de la poussière

La pesée des poussières nécessite une étape préalable de tamisage pour séparer la poussière utile à l'analyse (fraction tamisée) de la poussière grossière incluant les divers débris aspirés. Les précédentes analyses de composés semi-volatiles, dont pesticides, réalisées par le LERES dans le cadre du programme ECOS (Blanchard et al, 2014) de la campagne pilote écoles de l'OQAI (Raffy et al., 2017), ou de l'enquête Plomb-Habitat (Mercier et al., 2014) ont été effectuées sur des échantillons de poussières tamisées à 100 µm.

L'Anses recommande dans un rapport d'expertise collective sur l'exposition aux poussières sédimentées dans les environnements intérieurs, de tamiser à 250 µm (Anses, 2019). Un tamisage à 250 µm permet de renseigner la contamination de l'endroit où la poussière a été collectée. Un tamisage à 100 µm permet de ne conserver que la fraction qui colle aux mains et qui a donc des chances d'être ingérée (par contact main bouche). Le choix du tamisage dépend donc des objectifs : décrire plus la contamination ou plus l'exposition.

Des essais de comparaison d'analyse de pesticides sur 22 échantillons de poussières sur des fractions tamisées à 250 µm et tamisées à 100 µm ont été réalisés dans le cadre du projet PestiDust (Le Bot, 2021). Seules 22 substances sur les 118 analysées présentent des différences significatives avec des concentrations globalement plus élevées dans les poussières tamisées à 100 µm : butoxyde de pipéronyle (PBO), cyperméthrine, dichloran, lambda-cyhalothrine, perméthrine, propiconazole, tébuconazole, tétraméthrine, acétamipride, amétoctadine, boscalide, difénoconazole, diméthomorphe, fluopyram, métalaxyle, métolachlore, métrafénone, propyzamide, 2,4-D, AMPA, fosétyl-aluminium et cuivre. Une grande majorité des écarts relatifs observés est positive (100 µm > 250 µm). Néanmoins, ces écarts restent généralement faibles ($\leq 50\%$ pour les trois-quarts des échantillons), mis à part pour le dichloran (plus de 50 % d'écart pour plus de la moitié des échantillons), le métolachlore, l'acétamipride, le fosétyl-aluminium et le cuivre.

Pour conclure à une réelle influence de la fraction de tamisage sur les concentrations observées, il serait nécessaire de comparer ces écarts à l'incertitude associée à la fidélité de la mesure au sein d'un même échantillon. Cette fidélité combinerait la fidélité analytique et l'influence de la prise d'échantillon lié au niveau d'homogénéité de la substance au sein de la poussière tamisée. Selon cette fidélité, les écarts statistiquement significatifs pourraient se révéler métrologiquement négligeables.

Compte tenu de ces éléments et pour rester dans la même ligne que les résultats de la CNE (campagne nationale écoles), il a été décidé de **tamiser les échantillons à 100 µm pour la campagne nationale CNL2 / volet PestiLoge.**

La fraction tamisée est transférée dans des récipients en verre brun de 20 mL qui sont ensuite conservées à -18 °C avant analyse. Si la quantité de poussière est trop importante, une étape préalable de quartage est nécessaire (séparation initiale de l'échantillon) avant de tamiser. Cela multiplie d'autant les opérations de tamisage (et donc de coût). Une option serait de se limiter à une seule opération de tamisage, ce qui reviendrait à se limiter à une masse utile de poussières maximale de 10 g. Les prises d'essai pour analyse lors des études précitées étaient de 200 mg sur cette fraction, soit 50 analyses possibles au maximum.

3.2. Prélèvement des pesticides dans les poussières des logements

3.2.1. Protocole de collecte des poussières dans les logements

La collecte des poussières au domicile des participants relève d'un processus interactif entre l'enquêteur et la personne de référence du ménage débutant par une demande d'autorisation du recueil des poussières. Un questionnaire spécifique à ce recueil est administré par l'enquêteur à la personne de référence du ménage. Il retranscrit un arbre décisionnel permettant de définir si la collecte effective de la poussière est possible, et s'il est possible le jour de sa collecte (**Figure 6**).

La collecte des poussières dépend en particulier des facteurs suivants :

- La présence d'un aspirateur dans le logement ;
- L'utilisation effective de l'aspirateur par les membres du foyer ;
- L'accord de la personne de référence.

Les poussières sont donc collectées directement à partir de l'aspirateur utilisé par le ménage. L'utilisation exclusif d'un balai pour le nettoyage des sols est un critère excluant la collecte des poussières. L'échantillon de poussières se présente sous la forme d'un sac aspirateur contenant la poussière aspirée ou sous la forme de poussières libres collectées à partir d'un aspirateur sans sac. Dans les deux cas, sac aspirateur ou poussières libres, l'échantillon est placé dans un sachet plastique aluminisé pour son transport jusqu'au laboratoire.

La collecte peut être réalisée dès la première visite (J1), si le sac ou le bac collecteur de l'aspirateur contient de la poussière et que celle-ci ne contient pas de poussières provenant de l'extérieur du logement (y compris garage ou cave) ou de déversements accidentels ou atypiques (cendres de cheminée/poêle/barbecue, poussières de travaux, déversements de farines, terres, etc.). Dans ce cas, la poussière correspond à la période précédant la semaine d'enquête.

Si le sac ou le bac collecteur de l'aspirateur est vide ou bien contient des poussières atypiques, la collecte est réalisée lors de la deuxième visite (J+7 soit J8). Dans ce cas, il est proposé à l'occupant de mettre en place un sac aspirateur neuf qu'il aurait à disposition ou de vider et de nettoyer le bac collecteur de son aspirateur sans sac. Dans ce cas, la collecte de poussières va dépendre de l'utilisation de l'aspirateur ou non au cours de la semaine d'enquête, et la poussière collectée sera représentative de cette période. A noter qu'à J8, l'aspiration de poussières atypiques n'est pas un motif de rejet de l'échantillon. La **Figure 7** synthétise le processus de collecte des échantillons de poussières.

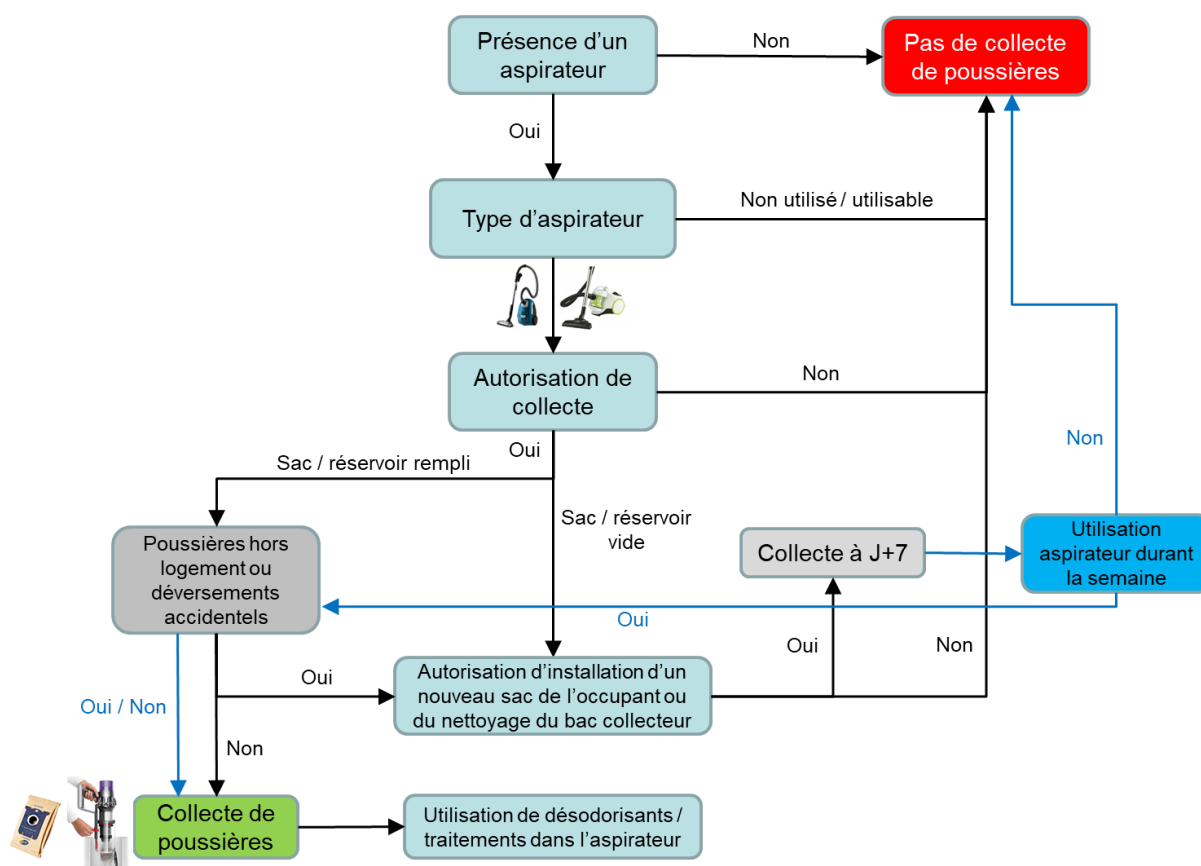


Figure 6 : Arbre décisionnel couvrant la procédure de recueil des poussières aux logements des participants de la CNL2 lors de la première visite (ou lors de la seconde visite en bleu).



Figure 7 : Principe de recueil de la poussière en J1 (visite 1) ou J8 (visite 2).

Lorsque l'échantillon de poussières est collecté, il est demandé à l'occupant s'il a utilisé ou non des désodorisants, des sacs prétraités ou des traitements anti-acariens dans l'aspirateur.

Une fois l'échantillon collecté, le clapet du sac aspirateur est refermé le cas échéant et l'ouverture du sac recouverte de papier aluminium pour éviter que la poussière ne s'en échappe. L'échantillon est ensuite placé dans un sachet plastique ziplock aluminisé. Une étiquette de prélèvement est alors collée au sachet.

Le sachet est ensuite déposé dans la glacière de l'enquêteur pour transport jusqu'à son pôle logistique. Il est conservé au frais (réfrigérateur) dans l'attente de son envoi. L'envoi se fait le lendemain de la fin de l'enquête et est envoyé conjointement avec le prélèvement de composés organiques semi-volatils (COSV) destinés au même laboratoire. Une tolérance de 4 jours sur le délai d'envoi est donnée pour couvrir les fins de semaine. L'envoi se fait en conditions ambiantes. Au cours de la vague 2 (à partir de janvier 2022), les échantillons de poussières collectées ont été intégrées aux pochettes réfrigérées abritant les cartouches échantillons de composés organiques semi-volatils (COSV) pour mutualiser les envois.

Les échantillons de poussières au nombre de 600 sont pris en charge par le laboratoire LERES de l'EHESP, retenu sur appel d'offre européen pour le tamisage à 100 µm, la pesée et le stockage des poussières tamisées. L'ensemble des analyses des 92 pesticides recherchés dans les poussières est également couverte par ce même laboratoire au travers d'un marché négocié avec exclusivité conclu entre l'Anses et le LERES/EHESP. Trois filières sont déployées pour analyser ces pesticides : une filière GC-MS/MS pour les pesticides les plus volatils (50 substances), une filière LC-MS/MS pour les pesticides peu volatils ou thermosensibles (39 substances) et une filière HILIC-MS/MS pour les 3 pesticides polaires (glyphosate, glufosinate d'ammonium et fosétyl-aluminium).

Il n'y a pas de possibilités de réaliser des blancs de terrain. Par contre, l'influence du sachet aluminisé de collecte a été étudiée par le laboratoire au travers de la recherche de contamination d'une poussière inorganique inerte (célite) sur des durées de stockage et dans des conditions variables.

Le laboratoire interagit directement avec les enquêteurs pour accuser réception des échantillons. Tous ces échanges sont systématiquement tracés sur la boîte mail CNL2 (oqai.cnl2@cstb.fr).

Dans le cadre de la campagne nationale logements 2 de l'OQAI démarrée fin 2020 et du projet PestiLoge, le choix de la stratégie de collecte s'est porté sur le recueil du sac aspirateur des occupants le jour de la première visite en s'assurant préalablement que la poussière collectée ne provenait pas d'autres micro-environnements que le logement, ou bien lors de la seconde visite 7 jours plus tard dans le cas contraire ou si le bac collecteur de l'aspirateur sans sac est vide. Dans ce dernier cas, la poussière libre est collectée dans un sachet plastique semi-opaque refermable. Les échantillons de poussières (sacs aspirateurs ou poussières libres dans un sachet plastique aluminisé) sont envoyés à température ambiante au laboratoire (puis à température réfrigérée en vague 2) où ils sont stockés au congélateur dans l'attente d'être tamisés à 100 µm avant d'être pesés. La poussière tamisée dans la limite de 20 grammes recueillis est conservée au congélateur dans l'attente d'analyses à venir.

3.2.2. Données disponibles pour la mesure des pesticides dans les poussières

3.2.2.1. Données de prélèvement de poussières

Les données de prélèvement des poussières sont obtenues au travers du questionnaire poussières dédié.

Données de prélèvement remplies en en première visite (J1) :

- Code identifiant du logement (type 99LABC88, avec 99 le code zone d'enquête 01 à 20, Le caractère fixe pour logement, ABC : lettres aléatoires de A à Z et 88 : chiffres aléatoires de 00 à 99). Le code du logement est automatiquement vérifié lors de la saisie des données par l'enquêteur sur la plateforme. Aucune erreur n'est possible à ce stade, car l'absence de correspondance ne permet pas la saisie des données.
- Code du prélèvement : (type 99LABC88-ASP0-POUSS-E, avec ASP0 le code pièce, ici l'ensemble du logement lié à l'utilisation de l'aspirateur, POUSS le code du paramètre mesuré, ici poussières déposées au sol et E pour échantillon).
- Date du recueil des poussières (jj/mm/aaaa)
- ASP0. Disposez-vous d'un ou de plusieurs aspirateurs ?
 - 1 Oui un seul ; → ASP1
 - 2 Oui, plusieurs ; → ASP1
 - 3 Non ; → FIN (POU3 = 3)
 - 4 Ne souhaite pas répondre
- ASP1. Quel type d'aspirateur utilisez-vous principalement pour nettoyer votre logement ?
 - 1 Aspirateur avec sac ; → POU0
 - 2 Aspirateur sans sac ; → POU0
 - 3 Pas d'aspirateur utilisé, uniquement le balai ; → FIN (POU3 = 3)
 - 4 Autre type d'aspirateur. → ASP2
- ASP2. Précisez quel autre type d'aspirateur : (champ texte)
- POU0. Acceptez-vous que l'on recueille votre sac aspirateur ou la poussière de votre bac collecteur issu de votre aspirateur principal ?
 - 1 Oui ; → POU1
 - 2 Oui mais le sac est neuf ou le bac est vide ; → FIN (Reprise en J8 à POU6)
 - 3 Non → FIN (POU3 = 3)
- POU1. Avez-vous aspiré ... ? (Cela concerne les poussières du sac ou bac actuel) - Plusieurs réponses possibles :
 - POU11 Des cendres de cheminée, d'un poêle ou de barbecue (oui / non) → POU2
 - POU12 Un habitacle de voiture (oui / non) → POU2
 - POU13 Des poussières de travaux (sciure, plâtre, débris divers) (oui / non) → POU2
 - POU14 Des déversements accidentels (farine, terre, etc.) (oui / non) → POU2

- POU15 La cave ou le garage, ou d'autres pièces en dehors du volume habitable du logement (oui / non) → POU2
- POU16 Rien de tout cela (oui / non)
- POU17 Ne sait pas (oui / non)
- POU2. Accepteriez-vous d'installer un nouveau sac aspirateur que vous auriez à disposition (ou de vider votre bac collecteur) afin de recueillir les poussières pendant la semaine d'enquête ? (oui / non)
 - → si OUI alors FIN et reprise en J8 avec POU6
 - → Si NON alors FIN et POU3 = 3
- POU3. Précisez la modalité de recueil des poussières (J1) :
 - 1 Sac aspirateur du ménage ;
 - 2 Bac collecteur d'un aspirateur sans sac ;
 - 3 Pas de recueil de poussières possible (aspirateur absent ou inadapté, ou encore refus) → FIN
- POU4. Habituellement, utilisez-vous des désodorisants et/ou des traitements anti-acariens dans l'aspirateur ? (Plusieurs réponses possibles si un traitement est utilisé) :
 - 1 Non, aucun dispositif en particulier ;
 - 2 Oui, ajout sous forme de billes, granulés ou bâtonnets ;
 - 3 Oui, utilisation de sacs aspirateur prétraités ;
 - 4 Autre. → POU5
- POU5. Autre traitement de l'aspirateur, précisez : (champ texte)

Données de prélèvement remplies en seconde visite (J8) si la collecte de poussières n'a pu se faire en première visite (J1) :

- POU6. Avez-vous (ou une autre personne du ménage) passé l'aspirateur dans le logement durant la semaine ? (oui / non) → si NON alors POU8 = 3
- POU7. Avez-vous aspiré durant la semaine ... ? - Plusieurs réponses possibles :
 - POU71 Des cendres de cheminée, d'un poêle ou de barbecue (oui / non)
 - POU72 Un habitacle de voiture (oui / non)
 - POU73 Des poussières de travaux (sciure, plâtre, débris divers) (oui / non)
 - POU74 Des déversements accidentels (farine, terre, etc.) (oui / non)
 - POU75 La cave ou le garage, ou d'autres pièces en dehors du volume habitable du logement (oui / non)
 - POU76 Rien de tout cela (oui / non)
 - POU77 Ne sait pas (oui / non)

- POU8. Précisez la modalité de recueil des poussières (J8) :
 - 1 Sac aspirateur du ménage ;
 - 2 Bac collecteur d'un aspirateur sans sac ;
 - 3 Pas de recueil de poussières possible (aspirateur absent ou inadapté, pas d'aspiration durant la semaine) → FIN
- POU9. Lors de votre utilisation de l'aspirateur cette semaine, avez-vous utilisé des désodorisants et/ou des traitements anti-acariens dans l'aspirateur ? (Plusieurs réponses possibles si un traitement est utilisé) :
 - POU91 Non, aucun dispositif en particulier ;
 - POU92 Oui, ajout sous forme de billes, granulés ou bâtonnets ;
 - POU93 Oui, utilisation de sacs aspirateur prétraités ;
 - POU94 Autre.
- POU10. Autre traitement de l'aspirateur, précisez : (champ texte)

Commentaires relatifs au questionnaire et à la réalisation ou non du prélèvement de poussières en J1 ou J8 : (champ texte).

3.2.2.2. Validation des données de prélèvement des poussières

A partir des données brutes issues du questionnaire de collecte des poussières, de nouvelles variables sont créées :

- DUST_1 : variable renseignant si un échantillon de poussières a été collecté (1) ou non (0) dans le logement. Elle est construite sur la base des réponses à différentes variables : DUST_1 = 0 si pas d'aspirateurs ou refus de répondre (ASP0 = 3 ou 4) OU pas d'utilisation d'aspirateur (ASP1 = 3) OU refus de recueil de poussières (POU0 = 3) OU recueil impossible (POU3 = 3) OU pas de passage de l'aspirateur dans la semaine (POU6 = non). Toute autre combinaison de réponse conduit à DUST_1 = 1.
- DUST_2 : variable renseignant également si un échantillon de poussières a été collecté (1) ou non (0) dans le logement. Elle est construite sur la base des réponses à POU3 et POU8 : DUST_2 = 1 si (POU3 = 1 ou 2) OU (POU8 = 1 ou 2). Toute autre combinaison donne DUST_2 = 0.

La comparaison des variables DUST_1 et DUST_2 permet de vérifier la cohérence des réponses. Les incohérences sont vérifiées le cas échéant. Les deux variables doivent être strictement identiques à la fin de la procédure de vérification et de correction.

La déclaration de collecte d'un échantillon est ensuite comparée à sa réception effective par le laboratoire.

D'autres variables sont également créées :

- J1 = 1 si (POU 3 = 1 ou 2) sinon 0. Cette variable permet de signaler que l'échantillon a été collecté lors de la première visite et correspond à de la poussière aspirée avant l'enquête.

- J8 = 1 si (POU8 = 1 ou 2) sinon 0. Cette variable permet de signaler que l'échantillon a été collecté lors de la deuxième visite et correspond à de la poussière aspirée durant la semaine d'enquête.
- CENDRES : variable permettant de savoir si l'occupant a déclaré avoir aspiré des cendres de cheminée, d'un poêle ou de barbecue (POU11 ou POU71 = oui). Valeur = 1, 0, ou vide en l'absence d'échantillon.
- VOITURE : variable permettant de savoir si l'occupant a déclaré avoir aspiré des poussières d'un habitacle de voiture (POU12 ou POU72 = oui). Valeur = 1, 0, ou vide en l'absence d'échantillon.
- TRAVAUX : variable permettant de savoir si l'occupant a déclaré avoir aspiré des poussières travaux, chantier (sciure, plâtre, débris divers) (POU13 ou POU73 = oui). Valeur = 1, 0, ou vide en l'absence d'échantillon.
- DEVERSEMENTS : variable permettant de savoir si l'occupant a déclaré avoir aspiré des poussières liées à des déversements accidentels (farine, terre, etc.) (POU14 ou POU74 = oui). Valeur = 1, 0, ou vide en l'absence d'échantillon.
- CAVE-GARAGE : variable permettant de savoir si l'occupant a déclaré avoir aspiré des poussières dans sa cave ou son garage, ou d'autres pièces en dehors du volume habitable du logement (POU15 ou POU75 = oui). Valeur = 1, 0, ou vide en l'absence d'échantillon.
- OK : variable permettant de savoir que l'occupant a déclaré n'avoir aspiré aucune des poussières spécifiques citées précédemment ni d'autres zones que le volume habitable du logement (POU16 ou POU76 = oui). Valeur = 1, 0, ou vide en l'absence d'échantillon.
- NSP : variable statuant que l'occupant ne sait pas s'il a aspiré ou non des poussières spécifiques citées précédemment ou d'autres zones que le volume habitable du logement. (POU17 ou POU77 = oui). Valeur = 1, 0, ou vide en l'absence d'échantillon.

3.3. Tamisage et pesée des poussières collectées

A réception des échantillons de poussière, le colis et son contenu sont vérifiés au regard notamment de la présence des données d'identification, de l'intégrité de l'emballage, et du type d'échantillons. Le Pôle Clients du laboratoire procède alors à l'enregistrement de l'échantillon sur le LIMS SMILE et saisit notamment les données suivantes à partir des renseignements disponibles sur l'emballage ou sur le bon de dépôt associé à l'échantillon : l'identifiant OQAI, la date de réception au laboratoire, le type d'échantillons de poussière (avec ou sans sac aspirateur), ainsi que l'état de l'emballage et de l'échantillon.

Cet enregistrement permet d'associer à chaque échantillon une référence LERES identifiant unique de chaque échantillon permettant son suivi à chaque étape du tamisage à la facturation. L'échantillon une fois identifié est congelé dès réception jusqu'à son tamisage.

Les échantillons de poussières tamisées sont analysés dans l'ordre chronologique de leur réception au laboratoire. Un délai maximal de 3 mois entre la réception et le tamisage de l'échantillon a été fixé dans le CCTP (lot 7 du marché 20R031).

Pour 10 % des échantillons (38 échantillons au final), la masse initiale brute est divisée en deux avec une partie de la poussière tamisée à 100 µm et l'autre partie tamisée à 250 µm. Pour ne pas pénaliser les analyses à réaliser sur les échantillons tamisés à 100 µm, il a été décidé d'un commun accord avec le Leres de privilégier les échantillons avec une masse de poussières conséquente (minimum de 60 g de poussières avant tamisage).

Le protocole de tamisage et de pesée est décrit en détail dans le rapport sur l'assurance qualité des analyses de pesticides dans les poussières collectées transmis par le Leres en septembre 2023 (Leres, 2023).

3.3.1. Protocole de tamisage

En matière de tamisage des échantillons de poussières, le LERES applique les protocoles internes ESS_ANA_PT_254 version 3 révisé le 21/06/2022 et ESS_PREA_PT_1367 spécifique aux campagnes de mesures PESTI. Les principales étapes de ce protocole sont décrites ci-après.

La poussière est tout d'abord pesée. Cette étape est réalisée quelle que soit la masse de poussières brutes réceptionnées. Pour le tamisage de la poussière, le tamis sélectionné (100 µm) est empilé sur le fond de tamis. La poussière est ensuite déposée dessus. Lorsque la poussière provient d'un sac aspirateur, il est préalablement ouvert à l'aide d'un ciseau ou cutter préalablement rincé au dichlorométhane. Si la poussière est trop importante, une étape de quartage est réalisée au préalable. Le tamisage s'opère alors sur le quart considéré. Le couvercle est ensuite posé sur la pile et l'ensemble est placé sur la tamiseuse, réglée sur une amplitude de 40. La pile de tamis est agitée pendant 15 minutes mesurée au minuteur. La fraction cible située dans le fond du tamis est récupérée à l'aide d'une spatule en acier inoxydable. La masse de poussière tamisée est déterminée. Si la masse de poussière tamisée est inférieure à 100 g alors la masse exacte est renseignée. Si la masse de poussière tamisée est supérieure à 100 g alors la mention « >100 g » est indiquée.

Conformément au cahier des charges, les dix premiers grammes de la poussière tamisée sont conservés dans un flacon en verre ambré de 20 mL fermé par des bouchons étanches avec septum en téflon. En cas d'excédent de poussière, dix autres grammes de poussière sont conservés de la même façon. L'excédent supérieur à ces 20 grammes de poussière tamisée n'est pas conservé. Un même échantillon peut donc conduire à la conservation de 2 flacons contenant chacun au maximum 10 grammes de poussière tamisée, pour un total de 2 x 10 grammes de poussières conservées au plus. À noter qu'à partir de cette étape, seule la fraction de poussières tamisées est conservée par le laboratoire.

Les échantillons de poussière tamisés sont conservés à une température de -25 ± 5 °C avant l'analyse des pesticides. Le CCTP a fixé une durée de 5 ans de conservation au laboratoire des poussières tamisées. Ce qui permet une éventuelle réanalyse en cas de problèmes constatés sur la première analyse.

Le(s) flacon(s) est(sont) identifié(s) et étiqueté(s) de façon identique à l'échantillon d'origine.

Tous les instruments utilisés sont rincés au dichlorométhane. Entre chaque échantillon, pour éviter les contaminations croisées, l'analyste suit une procédure de nettoyage. Le tamis, le fond de tamis et le couvercle sont rincés à l'eau ultra pure puis placés dans un bain à ultrasons rempli d'eau ultra pure pendant 5 minutes. Après un nouveau rinçage, le tamis est placé pendant 20 minutes dans une étuve à 100 °C pour séchage. Après refroidissement les éléments du tamis ainsi que la spatule sont essuyés avec du papier absorbant imbibé de dichlorométhane. À la fin de la journée, cette opération est renouvelée mais le séchage à 100°C se poursuit toute la nuit. La hotte sous laquelle est réalisée l'opération de tamisage est également nettoyée entre chaque échantillon en passant un papier absorbant imbibé d'eau chaude puis essuyée.

3.3.2. Protocole de pesée

Le LERES met en œuvre le mode opératoire MGE_UTI_MD_425 ou MGE_UTI_MD_165 pour l'utilisation et le contrôle des balances. La masse de poussières est pesée avant et après tamisage sur une balance raccordée et surveillée métrologiquement par le Service Métrologie du LERES. La balance de marque Sartorius est utilisée régulièrement pour les pesées de poussières et possède une plage de mesure de 10 mg à 220 g. Son raccordement est garanti par une vérification annuelle réalisée par le fournisseur SARTORIUS. La balance indique un poids en gramme et possède une résolution de 10 µg.

La tolérance (incertitude) sur la pesée est de 1 % de 10 à 20 mg et de 0,5 % au-delà de 20 mg.

Pour chaque jour d'utilisation, le niveau de la balance est vérifié et si besoin réglé. La balance est également vérifiée dans son état général puis mise sous tension. Puis, un tarage automatique ou manuel est lancé. Un calibrage automatique peut avoir lieu en fonction des changements de conditions d'environnement.

Avant chaque utilisation, l'absence de dérive est contrôlée en utilisant une masse de travail de 20 mg ou 100 mg de classe F1 adaptée à la tolérance de la balance à contrôler (± 0.03 mg). Les valeurs sont notées sur un formulaire et vérifiées par rapport à l'intervalle de conformité. En cas de non-conformité, un calibrage interne est réalisé et le contrôle recommencé. Si le contrôle est de nouveau non conforme, le Service Qualité/Métrologie est contacté pour diagnostiquer le problème.

Après chaque utilisation, la balance et le plateau sont nettoyés à l'aide d'un pinceau et d'un papier absorbant imbibé d'eau.

Le LERES est accrédité COFRAC depuis 2000 selon une portée générale et détaillée Section Laboratoires n°1-1951 mise à jour en mai 2020. Concernant les prélèvements et analyses dans l'habitat et sur les matrices poussières, le LERES est accrédité en portée flexible de type FLEX3 : le laboratoire est reconnu compétent pour adopter toute méthode reconnue et pour développer toute autre méthode dont il aura assuré la validation. La portée générale de cette accréditation concerne notamment le tamisage, l'extraction à l'ASE et l'analyse par GC-MS/MS et TD-GC-MS/MS de composés organiques sur des poussières au sol prélevées par aspiration.

Les tamisages et pesées peuvent être réalisés par 3 agents du LERES. Chaque agent est habilité selon une procédure spécifique.

Une fois tamisée et pesée, la poussière est stockée dans des flacons bruns conservés au congélateur à une température de -18 °C. Les équipements de réfrigération/congélation font

l'objet de contrôles réguliers de températures au moyen de thermomètres enregistreurs ou de sondes reliées à une centrale de surveillance de température Labguard. Les températures sont enregistrées, exploitées et consultées par les responsables analyses ou responsables d'équipements.

3.3.3. Liste des données associées au tamisage et à la pesée des poussières

- N° échantillon laboratoire (type 20.6414.1)
- Référence_client : code du prélèvement (type 99LABC88_ASPO_POUSS-E)
- Code identifiant du logement (99LABC88)
- Date_prélèvement (jj/mm/aaaa) : il s'agit de la date de collecte des poussières qui correspond soit à J1 soit à J8. Cette donnée est reprise de la fiche de prélèvement envoyée avec l'échantillon par l'enquêteur
- Date_réception (jj/mm/aaaa hh:mm)
- Echant_date_validation (jj/mm/aaaa hh:mm) : date de validation par le laboratoire
- Type_produit (poussières libres / sac aspirateur) ; correspond à la nature de l'échantillon
- Etat_réception (frais / température ambiante)
- Echantillon_tamisé (conforme / annulé en cas d'absence de poussières à tamiser)
- Commentaire_coma (champ texte) : descriptif de la poussière brute en cas de contenu atypique, notification de quartage
- Etat_de_validation (résultats validés / annulé en cas d'absence de poussières à tamiser)
- Etat du sachet à réception (correct / ouvert / percé ou déchiré)
- Date tamisage et pesée (jj/mm/aaaa)
- Date stockage (jj/mm/aaaa)
- Masse initiale brute (type 0000,00 g)
- Masse tamisée à 100 µm (type 00,00 g ou > 100 g)
- Masse stockée à 100 µm (type 00,00 g, max environ 20 g)

Pour les échantillons tamisés à 250 µm, les quatre variables suivantes sont également renseignées :

- Masse initiale brute à tamiser 100 µm (type 000,00 g)
- Masse initiale brute à tamiser 250 µm (type 000,00 g)
- Masse tamisée à 250 µm (type 00,00 g ou > 100 g)
- Masse stockée à 250 µm (type 00,00 g, max environ 20 g).

3.4. Préparation, extraction et analyse des pesticides mesurés dans les poussières

Les poussières tamisées à 100 µm ont fait l'objet d'analyse des pesticides selon trois filières analytiques (GC-MS/MS, LC-MS/MS et HILIC-MS/MS).

Les échantillons de poussières tamisées à 250 µm n'ont pas fait l'objet d'analyse à ce jour.

La mise en œuvre de chaque filière analytique nécessite comme prise d'essai une masse précise de poussières tamisées variable selon les filières :

- Substances semi-volatiles par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS/MS) avec la méthode interne ESS_ANA_PT_1238 pour une prise d'essai de 200 mg ;
- Substances thermosensibles et/ou non volatiles par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse (LC-MS/MS) en phase inverse pour les molécules thermosensibles et/ou non volatiles avec la méthode interne ESS_ANA_PT_1312 pour une prise d'essai de 100 mg ;
- Substances polaires par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse en phase normale (HILIC-MS/MS) pour les substances polaires (glyphosate, glufosinate d'ammonium et fosétyl-aluminium) avec la méthode interne ESS_ANA_PT_1202 pour une prise d'essai de 25 mg (abaissée à 10 mg en fin de campagne sans modification de limite de détection) ;

3.4.1. Masse de poussière analysable

La masse de poussières tamisée n'est pas toujours directement analysable. En effet, dans certaines conditions, des poils, cheveux ou autres fibres peuvent passer les mailles du tamis et se retrouver dans la poussière tamisée. Après tamisage, les particules et fibres peuvent également s'agglomérer tamisage pour former à nouveau des moutons de poussières. Cette fraction de la poussière est systématiquement écartée par le laboratoire au motif que l'extraction n'est pas prévue sur ce type de matrice mais sur une matrice de poussières poudreuse et homogène. Les performances d'extraction sur un autre type de matériau, comme les poils ou cheveux, qui s'apparentent plus à une matrice biologique ne sont pas connues. Le mode d'adsorption des substances sur ce matériau n'est pas forcément connu et pourrait nécessiter une procédure d'extraction spécifique incluant broyage ou digestion.

La question se pose également de la représentativité de cette fraction fibreuse de la poussière en termes d'exposition par ingestion par rapport à la fraction poudreuse. Cette fraction fibreuse pourrait ne pas adhérer de la même façon à la main de l'enfant que la fraction poudreuse, et de ce fait ne conduirait pas forcément à une exposition par ingestion. Cela reste une hypothèse qu'il conviendrait de vérifier.

Cette problématique affecte surtout les échantillons avec une faible masse de poussières tamisées. Pour les autres échantillons, la prise d'essai se fait naturellement sur la part poudreuse et homogène de la poussière.

Le laboratoire LERES mène actuellement une comparaison sur l'analyse du cuivre à partir de poussières et également à partir de poils / cheveux. Pour ces derniers, la méthode d'extraction

du cuivre par broyage/minéralisation existe (méthode de matrice biologique). Cette comparaison réalisée sur un seul échantillon a montré que la concentration dans les moutons (poils, cheveux, appelés plus généralement poussière fibreuse floculante⁴) est beaucoup plus faible que dans la poussière « poudreuse », ce qui montre qu'inclure les moutons dans l'analyse introduirait une dilution des concentrations. Cette dilution serait par ailleurs plus ou moins importante selon le ratio mouton/poudre inclus dans la prise d'essai. Toutefois, cette analyse, qui ne concerne qu'un échantillon, n'est pas représentative, et nécessite d'être reproduite sur plus d'échantillons.

Le laboratoire LERES base la hiérarchisation des filières analytiques à mettre en œuvre sur la base de la masse de poussières tamisée analysable. Cette donnée est donc particulièrement importante à renseigner dans le fichier de rendu des résultats.

Dans le cas où le laboratoire disposerait de moins de 325 mg de poussières tamisées analysables pour un échantillon, les consignes suivantes adoptées en concertation avec l'Anses sont appliquées (avec m = masse de poussières tamisées analysables) :

- $m < 25$ mg : aucune analyse possible ;
- $25 \leq m < 100$ mg : analyse des substances polaires ;
- $100 \leq m < 125$ mg : analyse des substances thermosensibles ;
- $125 \leq m < 225$ mg : analyse des substances thermosensibles et des substances polaires ;
- $225 \leq m < 300$ mg : analyse des substances semi-volatiles et des substances polaires ;
- $300 \leq m < 325$ mg : analyse des substances semi-volatiles et des substances thermosensibles ;

Dans le cas contraire (masse de poussières tamisées > 325 mg), les 3 filières analytiques sont mises en œuvre (analyse des substances semi-volatiles, des substances thermosensibles, des substances polaires et du cuivre).

3.4.2. Méthode d'analyse des pesticides semi-volatils par GC-MS/MS – Filière 1

L'analyse des pesticides semi-volatils requiert la mise en œuvre d'une méthode de dosage basée sur une extraction aux micro-ondes, suivie d'une analyse par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse, selon la méthode interne ESS_ANA_PT_1238.

Cette méthode nécessite une prise d'essai de 200 mg de poussière tamisée à 100 μ m. La poussière est placée dans le tube en verre d'un réacteur micro-ondes, dans lequel on ajoute un

⁴ Une définition de la poussière domestique est donnée par Li et al. (2022) : la poussière domestique comprend principalement une composante fibreuse et une composante non-fibreuse (avec de la matière à la fois organique et inorganique). Ces deux types de poussières présentent visuellement des différences morphologiques importantes : d'une part, une poussière particulaire qui ressemble à une poudre de particules sphériques ou quasi-sphériques ; et d'autre part, une poussière fibreuse floculante ou d'agrégats de fibres qui consiste en des chaînes de matière avec un rapport longueur sur diamètre élevé, que l'on pourrait comparer à des longs cylindres. Cette composante comprend le plus souvent des résidus de textiles, dont des agrégats de fibres naturelles et/ou synthétiques.

mélange de solvant, composé de deux tiers de dichlorométhane et d'un tiers d'acétone, et la solution d'étalons internes. Le tube de verre est ensuite placé dans son réacteur pour une extraction aux micro-ondes Ethos X, selon un programme constitué d'une montée en température pendant 15 minutes à 110 °C (1800 W) puis d'un palier de 10 minutes à 110 °C (1800 W).

Après refroidissement à température ambiante, les extraits sont filtrés sur des filtres sans cendre, puis purifiés sur des colonnes Chromabond® Florisil. Le Florisil est une résine constituée d'oxydes de silicium et de magnésium destinée à retenir les molécules les plus polaires pour améliorer le bruit de fond lors de l'analyse de molécules de polarité intermédiaire.

L'extrait est enfin concentré à un volume de 0,5 mL grâce à un léger flux d'azote, puis enrichi d'un traceur d'injection, le 2,3,4-trichloronitrobenzène (TCNB), et stocké au congélateur jusqu'à analyse.

Les analyses sont effectuées sur un système GC-MS/MS (7890A GC System / 7000C GC/MS Triple Quad) selon le mode opératoire suivant :

- injection grâce à un injecteur multimode avec programmation de température, en mode splitless ;
- séparation sur une colonne Restek Rtx-PCB avec programmation du four de 37 °C à 320 °C ;
- détection en mode MRM (Multiple Reaction Monitoring) ;
- identification d'un composé confirmée par la présence des deux transitions MRM sélectionnées au temps de rétention attendu ;
- analyse quantitative effectuée par étalonnage interne et équation quadratique de type $y = a_0 + a_1x + a_2x^2$.

3.4.2.1. Gammes d'étalonnage et contrôles

Chaque séquence d'analyse d'échantillons comprend une gamme de calibration, des blancs analytiques et des contrôles qualités.

Les gammes d'étalonnage sont réalisées à chaque séquence d'analyse et s'échelonne du niveau LQ jusqu'à une limite supérieure variable selon les substances de 500 à 12 500 ng/g . En cas de concentration mesurée au-delà de la limite supérieure, l'échantillon concerné est dilué d'un facteur suffisant pour sa quantification dans la gamme. La gamme est validée lorsque le coefficient de détermination de chaque courbe d'étalonnage est supérieur à 0,995.

Quatre contrôles qualité sont réalisés à chaque série d'extraction. Pour chacun des quatre contrôles, la justesse (ou rendement relatif) et le coefficient de variation sont suivis au travers de cartes de contrôles :

- Contrôle d'extraction en Célite® (sans matrice) au niveau de la LQ (de 2 à 50 µg/L selon les substances) ;
- Contrôle d'extraction en Célite® (sans matrice) au niveau d'un point de milieu de gamme de calibration (de 50 à 1250 µg/L selon les substances) ;

- Contrôle d'extraction en matrice poussière au niveau de la LQ (de 2 à 50 µg/L selon les substances) ;
- Contrôle d'extraction en matrice poussière au niveau d'un point de milieu de gamme de calibration (de 50 à 1250 µg/L selon les substances).

Pour les contrôles sans matrice, une solution de dopage contenant l'ensemble des substances au niveau de concentration correspondant à la LQ pour l'un et au niveau milieu de gamme pour l'autre, est ajoutée dans le solvant d'extraction contenant 200 mg de Céliste®. Les contrôles sont ensuite extraits et analysés. La dérive par rapport à la concentration théorique ne doit pas excéder 50 % pour le contrôle à la LQ et 30 % pour le contrôle de milieu de gamme pour la validation de la série d'extraction.

Pour les contrôles poussière, une solution de dopage contenant l'ensemble des substances au niveau de concentration correspondant à la LQ pour l'un et au niveau milieu de gamme pour l'autre, est ajoutée à la matrice poussières, avant extraction et analyse. Les mêmes échantillons non dopés sont également analysés afin de pouvoir quantifier l'ajout, par différence entre échantillon dopé et échantillon non dopé. La dérive par rapport à la concentration théorique de l'ajout ne doit pas excéder 50 % pour le contrôle à la LQ et 30 % pour le contrôle de milieu de gamme pour la validation de la série d'extraction. Pour les molécules d'intérêts déjà présentes dans les poussières composites avant fortification, certaines valeurs non pertinentes sont retirées des cartes de contrôle. Ainsi, une concentration initiale supérieure à 2,5 fois la LQ est considérée comme non pertinente pour le contrôle de la LQ. De même, une concentration initiale supérieure au point le plus haut de la gamme est considérée comme non pertinente pour le contrôle de milieu de gamme.

Des valeurs non conformes ont également pu être exclues des cartes de et elles n'ont pas été utilisées pour la validation de la série d'échantillon. Pour les concentrations inférieures au point 3 de la gamme, la validation de la série se base sur la conformité du contrôle niveau LQ, tandis que pour les concentrations supérieures au point 3, la validation de la série se base sur la conformité du contrôle milieu de gamme.

Par ailleurs, à chaque série d'extraction, un échantillon blanc analytique (blanc Céliste), exempt de matrice, est dopé avec le mélange d'étalons internes. Il correspond à un échantillon non exposé, mais marqué d'un réactif ou d'un support d'échantillonnage soumis à la totalité du mode opératoire analytique, y compris l'extraction, la purification et l'identification. Ce blanc permet de vérifier l'absence de pollution à toutes les étapes de l'extraction et de l'analyse. Un blanc gamme est également réalisé pour vérifier spécifiquement l'étape de préparation de la gamme d'étalonnage. Le blanc de gamme correspond à une solution préparée de la même manière que la solution d'étalonnage, mais en omettant les substances cibles. Les blancs de gamme sont validés conformes s'ils sont inférieurs à 50 % de la LQ.

3.4.2.2. Rendements d'extraction

Les résultats des rendements absolus sont issus du projet PestiDust (Le Bot et al., 2021). Ils ont été évalués par ajouts sur la Céliste® (sans matrice poussière) pour l'ensemble des substances au niveau milieu de gamme. Ils varient de 74 % pour le dichlorvos à 95 % pour le dicofol.

Les rendements d'extraction absolus ont été évalués dans la matrice poussière dans le projet PestiDust pour les pesticides disposant d'un analogue marqué au deutérium, au carbone 13

ou à l'azote 15. Ces rendements varient de 46 % pour le métaldéhyde à 203 % pour le folpel. Le fort rendement observé pour le folpel est en lien avec un phénomène de passivation observé en présence de la matrice.

Les rendements d'extraction relatifs observés au niveau LQ (sans matrices poussières) varient entre 67 ± 14 % pour la cyfluthrine jusqu'à 150 ± 81 % pour la perchlordécone (Mirex). En milieu de gamme (sans matrice poussières), le rendement d'extraction relatif est compris entre 89 ± 10 % pour le tébuconazole jusqu'à 110 ± 9 % pour le lénacile. Les rendements d'extraction relatifs sont satisfaisants en tenant compte du rendement parfois faible ou très élevé de l'étalon interne propre à la substance cible.

L'ensemble des rendements d'extraction sont rassemblés au **Tableau 7**.

3.4.2.3. Limites de quantification

Les limites de quantification (LQ) des substances dans les échantillons sont également issues du projet PestiDust. Elles ont été établies sur le respect de plusieurs critères :

- Le rapport signal sur bruit (S/B) doit être supérieur à 10 au niveau de la limite de quantification et supérieur à 3 au niveau de la limite de détection ;
- La concentration des analytes dans le blanc ne doit pas dépasser 50 % de la LQ ;
- Les coefficients de variation (CV) doivent être inférieurs à 25 % au niveau de la limite de quantification (5 répétitions minimum) ;
- La dérive par rapport à la concentration théorique ne doit pas excéder à ± 50 %.

L'évaluation des LQ pour les substances semi-volatiles s'est basée sur l'utilisation de trois poussières composites PC1, PC2 et PC3, dopées à des concentrations de 2, 5, 10, 50 et 100 µg/L et analysées deux fois pour obtenir 6 répétitions. Pour les substances déjà présentes naturellement dans les poussières, des points de contrôle extraits (sans matrice) ont été utilisés à la place des poussières.

Dans ces conditions, les LQ déterminées pour les substances semi-volatiles varient entre 5 et 250 ng/g par gramme, avec une majorité de substances caractérisées par une LQ inférieure à 12,5 ng/g. Les limites de détections (LD) fournies par le laboratoire sont en règle générale égale à 0,4 LQ (cf. **Tableau 7**).

3.4.3. Méthode d'analyse des pesticides thermosensibles et/ou non volatiles par LC-MS/MS – Filière 2

L'analyse des pesticides thermosensibles et/ou non volatils requiert la mise en œuvre d'une méthode de dosage basée sur une extraction aux micro-ondes, suivie d'une analyse par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse, selon la méthode interne ESS_ANA_PT_1312.

Cette méthode nécessite une prise d'essai de 100 mg de poussière tamisée à 100 µm. La poussière est placée dans le tube en verre d'un réacteur micro-onde, dans lequel on ajoute un mélange de solvant composé de 50 % d'acétate d'éthyle, 25% d'acétonitrile et 25% de méthanol, et la solution d'étalons internes. Le tube de verre est ensuite placé dans son réacteur

pour une extraction aux micro-ondes Ethos X, selon un programme constitué d'une montée en température pendant 15 minutes à 70°C (1600 W), puis d'un palier de 10 minutes à 70°C (1600 W).

Après refroidissement à température ambiante, les extraits sont filtrés sur des filtres sans cendre, puis concentrés avant re-solubilisation dans le méthanol et congélation pendant une heure. Les extraits sont ensuite à nouveau concentrés puis re-solubilisés dans 5 mL d'un solvant composé de 70 % d'eau ultrapure et de 30% d'acétonitrile, et acidifié avec 0,01% d'acide formique.

Les analyses sont effectuées sur un système LC-MS/MS (Waters Acquity UPLC 2D / Xevo TQ-XS) selon le mode opératoire suivant :

- injection de 15 µL d'extrait ;
- séparation sur une colonne Waters UPLC HSST3 dans un four à 35 °C ;
- détection en mode MRM (*Multiple Reaction Monitoring*) ;
- identification d'un composé confirmée par la présence des deux transitions MRM sélectionnées au temps de rétention attendu ;
- analyse quantitative effectuée par étalonnage interne à l'aide d'une équation quadratique de type $y = a_0 + a_1x + a_2x^2$.

3.4.3.1. Gammes d'étalonnage et contrôles

Chaque séquence d'analyse d'échantillons comprend une gamme de calibration à 11 niveaux de concentrations différents (7 niveaux en gamme « normale », auxquels s'ajoutent 4 niveaux de gamme « haute » pour la quantification des substances fréquemment retrouvées en forte concentration dans les échantillons), des blancs analytiques et des contrôles qualités à la LQ et au niveau 4.

Les gammes d'étalonnage de la méthode s'échelonne de la limite de quantification (LQ) à une limite supérieure variable de 125 ng/g à 31250 µg/g selon la substance. Elles sont réalisées à chaque séquence d'analyse. En cas de concentration mesurée au-delà de la limite supérieure, l'échantillon concerné est dilué d'un facteur suffisant pour sa quantification dans la gamme dynamique. La gamme est validée pour un coefficient de détermination supérieur à 0,995.

Quatre contrôles qualité sont réalisés à chaque série d'extraction. Contrairement à la filière GC pour les substances semi-volatiles, la Célite n'est pas nécessaire à la réalisation des points de contrôle. Les quatre contrôles sont :

- Deux points de contrôle, constitués du mélange de solvant fortifié de l'ensemble des substances au niveau de concentration correspondant à la LQ pour l'un et au niveau milieu de gamme pour l'autre. La dérive par rapport à la concentration théorique ne doit pas excéder 50 % pour le contrôle à la LQ et 30 % pour le contrôle de milieu de gamme ;
- Deux points de contrôle extraits réalisés en matrice poussière. Pour ce faire, deux poussières composites (PC1 et PC2) et un échantillon de poussière de logement disponible en grande quantité au LERES sont utilisés alternativement. Pour cela, ils sont dopés avec l'ensemble des substances aux niveaux LQ et milieu de gamme, puis extraits et analysés. Les mêmes échantillons non dopés sont également analysés afin

de pouvoir quantifier l'ajout, par différence entre échantillon dopé et échantillon non dopé.

La justesse (rendement relatif) et le coefficient de variation sont suivis au travers de cartes de contrôles.

De même que pour la filière 1, les concentrations initiales supérieures à 2 fois la LQ, correspondant au point 3 de la gamme de calibration, sont considérées comme non pertinentes pour le contrôle de la LQ, et les concentrations supérieures au point le plus haut de la gamme sont considérées comme non pertinentes pour le contrôle de milieu de gamme.

Des valeurs non conformes sont également exclues des cartes de contrôle et elles ne sont pas utilisées pour la validation de la série d'échantillon. Pour les concentrations inférieures à 2 LQ, la validation est réalisée sur la base du contrôle niveau LQ, tandis que pour les concentrations supérieures à 2 LQ, la validation de la série se base sur la conformité du contrôle milieu de gamme.

De même que pour la filière 1, à chaque série d'extraction, des échantillons blancs analytiques, exempts de matrice, sont dopés avec le mélange d'étalons internes, puis extraits et analysés. Un blanc gamme est également réalisé pour vérifier spécifiquement l'étape de préparation de la gamme d'étalonnage. Les résultats des blancs analytiques sont suivis et reportés sur les cartes de contrôle. Ils sont validés conformes s'ils sont inférieurs à 0,5 LQ.

En ce qui concerne l'analyse des pesticides dans les poussières, la filière 2 se distingue par sa complexité, due à la fois au nombre de substance qu'elle comprend et aux difficultés inhérentes à la technique analytique par LC-MS/MS. Ainsi, pas moins de 232 résultats ont été annulés sur les 21 812 mesurés toutes substances confondues (environ 1 %) pour 532 échantillons analysés. Deux substances, le brodifacoum et la spiroxamine, sont particulièrement concernées par ces annulations, avec respectivement 51 et 24 résultats annulés. Ces annulations correspondent la plupart du temps à une perte trop importante de l'étalon interne lors de l'étape d'extraction ou d'injection.

3.4.3.2. Rendements d'extraction

Les résultats des rendements absolus sont issus du projet PESTIDUST. Comme pour la filière 1, les rendements d'extraction ont été évalués à la fois en présence de matrice, en se basant sur les étalons internes marqués pour les substances qui en disposent, et en l'absence de matrice pour l'ensemble des substances natives.

Les rendements d'extraction absolus déterminés sans matrices peuvent être très faibles (entre 1 % et 2 %) pour le brodifacoum, le cyprodinil, le difénacoum et le pyrimicarbe. Trois autres substances affichent des rendements absolus inférieurs à 10 % : pyriméthanil, spiroxamine et terbutryne. Le rendement d'extraction absolu le plus élevé est de 91 ± 11 % pour le fluopyram.

En présence de matrice poussières, le rendement d'extraction absolu de l'analogue marqué varie de 16 ± 9 % pour le pyriproxifène-D₄ jusqu'à 69 ± 9 % pour l'icaridine-D₃.

Les rendements d'extraction relatifs observés au niveau LQ (sans matrices poussières) varient entre 31 ± 23 % pour la terbutryne jusqu'à 296 ± 17 % pour le brodifacoum. En milieu de gamme (sans matrice poussières), le rendement d'extraction relatif est compris entre 25 ± 25 % pour la terbutryne jusqu'à 137 ± 52 % pour le difénacoum. Les contrôles menés sur matrice

poussières affichent néanmoins des performances plus satisfaisantes avec des rendements d'extraction relatifs compris entre 65 ± 19 % pour le difénoconazole et 122 ± 33 % pour la métribuzine.

Pour cette filière, seuls les contrôles avec matrice poussières sont prises en compte pour la validation des échantillons.

L'ensemble des rendements d'extraction sont rassemblés au [Tableau 7](#).

3.4.3.3. Limites de quantification

Les limites de quantification (LQ) des substances dans les échantillons sont établies sur le respect des mêmes critères que pour la filière 1. Dans ces conditions, les LQ déterminées pour les substances thermosensibles et/ou non volatiles varient entre 0,2 et 625 ng/g, avec une majorité de substances (32/41) caractérisées par une LQ inférieure à 12,5 ng/g. Les limites de détections (LD) fournies par le laboratoire sont en règle générale égale à 0,4 LQ ([Tableau 7](#)).

3.4.4. Méthode d'analyse des pesticides très polaires par HILIC-MS/MS – Filière 3

L'analyse des substances très polaires de la liste PestiLoge requiert la mise en œuvre d'une méthode de dosage basée sur une extraction par agitation/incubation suivie d'une analyse par chromatographie liquide en phase normale (HILIC) couplée à la spectrométrie de masse, selon la méthode interne du laboratoire ESS_ANA_PT_1202.

Cette méthode nécessite une prise d'essai de 10 mg de poussière tamisée à 100 µm. La poussière est placée dans un tube Eppendorf, dans lequel on ajoute la solution d'étalons internes, puis le solvant d'extraction composé d'eau ultrapure (EUP) acidifiée avec 2 % d'acide formique (AF) et contenant de l'acide éthylènediamine tétraacétique (EDTA) à une concentration de 2 mM. L'EDTA est destiné à dissocier les complexes formés entre le glyphosate et les cations métalliques. Après 1 heure d'agitation à 50 °C dans l'agitateur-incubateur, les tubes sont centrifugés puis le surnageant est filtré sur une cartouche Strata X préalablement conditionnée. Une dilution au demi avec de l'acétonitrile est ensuite réalisée pour optimiser les conditions chromatographiques. Cette méthode a été optimisée à partir de celle utilisée dans le cadre de PestiDust en diminuant la prise d'essai à 10 mg (au lieu de 25 mg) et en augmentant la teneur en acide formique du solvant d'extraction à 2 % (au lieu de 0,9 %). La méthode a fait l'objet d'une publication (Saurat et al., 2023).

Les analyses sont effectuées sur le même système analytique que pour les substances thermosensibles et/ou non volatiles (Waters Acquity UPLC 2D / Xevo TQ-XS). Pour l'analyse des substances très polaires, la séparation chromatographique est réalisée en phase normale (mode HILIC – Hydrophobic Interaction Liquid Chromatography). Le mode opératoire est le suivant :

- injection de 20 µL d'extrait ;
- séparation sur une colonne Waters HILIC (Anionic Polar Pesticide Column) dans un four à 50 °C ;
- détection en mode MRM (*Multiple Reaction Monitoring*) ;

- identification/confirmation d'un composé par la présence des deux transitions MRM au temps de rétention attendu ;
- analyse quantitative effectuée par étalonnage interne, avec une quantification selon une courbe d'étalonnage de type quadratique $y = a_0 + a_1x + a_2x^2$.

3.4.4.1. Gammes d'étalonnage et contrôles

Chaque séquence d'analyse d'échantillons comprend une gamme de calibration à 8 niveaux de concentrations différents, des blancs analytiques et des contrôles qualités à la LQ et au niveau 4 (niveau milieu de gamme).

Les gammes dynamiques utilisées pour la méthode (gammes d'application), allant de la limite inférieure de quantification (LQ) à la limite supérieure sont réalisées à chaque séquence d'analyse. En cas de concentration mesurée au-delà de la limite supérieure, l'échantillon concerné est dilué d'un facteur suffisant pour sa quantification dans la gamme dynamique. Le critère de validation de la méthode interne ESS_ANA_PT_1202 est un coefficient de détermination pour chaque courbe d'étalonnage supérieur à 0,995.

Quatre contrôles qualité sont réalisés à chaque série d'extraction. La justesse (rendement relatif) et le coefficient de variation sont suivis au travers de cartes de contrôles. Les quatre contrôles sont :

- Deux points de contrôle constitués du solvant d'extraction (EUP acidifiée et EDTA) fortifié des deux substances au niveau de concentration correspondant à la LQ pour l'un et au niveau milieu de gamme pour l'autre. La dérive par rapport à la concentration théorique ne doit pas excéder 50 % pour le contrôle à la LQ et 30 % pour le contrôle de milieu de gamme (Point 5).
- Deux points de contrôle extraits réalisés en matrice poussière. Pour ce faire, des échantillons de poussière composite (PC1 et PC2) et le matériau de référence SRM 2585 sont dopés avec l'ensemble des substances au niveau LQ et milieu de gamme, puis extraits et analysés. Ces trois poussières sont utilisées en alternance et sont également analysés non dopées afin de pouvoir quantifier l'ajout, par différence entre échantillon dopé et échantillon non dopé. La dérive par rapport à la concentration théorique ne doit pas excéder 50 % pour le contrôle poussière niveau LQ et 30 % pour le contrôle poussière niveau de milieu de gamme (Point 5).

De même que pour la filière 2, les concentrations initiales supérieures à 2 fois la LQ, correspondant au point 3 de la gamme de calibration, sont considérées comme non pertinentes pour le contrôle de la LQ, et les concentrations supérieures au point le plus haut de la gamme sont considérées comme non pertinentes pour le contrôle de milieu de gamme.

Des valeurs non conformes sont également exclues des cartes de contrôle et elles ne sont pas utilisées pour la validation de la série d'échantillon. Pour les concentrations inférieures à 2 LQ, la validation est réalisée sur la base du contrôle niveau LQ, tandis que pour les concentrations supérieures à 2 LQ, la validation de la série se base sur la conformité du contrôle milieu de gamme.

De même que pour les filières 1 et 2, à chaque série d'extraction, des échantillons blancs analytiques, exempts de matrice, sont dopés avec le mélange d'étalons internes, puis extraits

et analysés. Un blanc gamme est également réalisé pour vérifier spécifiquement l'étape de préparation de la gamme d'étalonnage. Les résultats des blancs analytiques sont suivis et validés conformes s'ils sont inférieurs à 50% de la LQ.

3.4.4.2. Rendements d'extraction

Les résultats des rendements absolus sont issus du projet PESTIDUST.

Chaque substance possédant son propre analogue marqué, les rendements absolus ont pu être évalués directement en matrice poussière. Ils sont respectivement de 84 ± 17 % pour le fosétyl-aluminium, de 76 ± 14 % pour le glufosinate et de 71 ± 32 % et le glyphosate (**Tableau 7**). La diversité des poussières utilisées contribue à la variation du rendement absolu observé.

Les rendements relatifs observés sur les contrôles sont très satisfaisants : entre 95 et 114 % au niveau LQ, et entre 91 et 105 % en milieu de gamme.

3.4.4.3. Limites de quantification

Comme pour les filières 1 et 2, les limites de quantification (LQ) pour les substances polaires est définie comme la concentration la plus faible pour laquelle le rapport signal/bruit (S/N) est supérieur à 10 avec un biais maximum de ± 25 % pour au moins 5 échantillons différents. Les LQ sont de 0,125 µg/L pour les trois substances, ce qui correspond à 62,5 ng/g de poussière (**Tableau 7**). Les limites de détection (LD) sont de 0,4 LQ soit 25 ng/g.

3.4.5. Validation des résultats analytiques par le laboratoire

Pour les quatre filières analytiques, les 3 protocoles d'analyse prévoient pour chaque série d'analyse les contrôles suivants avec des critères de validation (voir également **Tableau 6**) :

- Un contrôle du coefficient de corrélation des courbes d'étalonnage élaborées à partir d'une gamme diluée à minimum 5 points (il doit être supérieur à 0,995) ;
- Un suivi de l'injection et de l'extraction par le contrôle des surfaces des standards internes d'extraction et le cas échéant de traceurs d'injection, dans les échantillons par rapport aux surfaces dans la gamme d'étalonnage ;
- Un contrôle du blanc de la gamme : aucune molécule quantifiée dans le blanc ne doit dépasser 50 % de la limite de quantification ;
- Un contrôle du blanc analytique : les concentrations dans le blanc ne doivent pas excéder 50 % de la limite de quantification ;
- Un contrôle de la dérive du détecteur par la quantification des points de gamme analysés en début et en fin de séquence : la dérive par rapport à la valeur théorique ne doit pas excéder 25 % sur au moins une des deux transitions de chaque composé ;
- Un contrôle de la préparation de la gamme d'étalonnage et de la justesse de la méthode par la quantification d'un point de contrôle externe préparé à partir d'une autre source de standard que celle utilisée pour la préparation de la gamme, et/ou en

cas de nouvelle préparation de la gamme par la quantification d'un point de l'ancienne gamme ;

- Des contrôles de l'extraction par la quantification de blancs et de poussières dopées : la dérive par rapport à la valeur théorique ne doit pas excéder un EMA (écart maximal acceptable) de 50 % pour les niveaux LQ et un EMA de 30 % pour les autres niveaux de concentration. Ces contrôles permettent de vérifier l'absence de dérive de la méthode d'analyse. Ces contrôles qualitatifs alimentent des cartes de contrôles qui permettent un suivi de la justesse (rendement relatif), du coefficient de variation et une estimation de l'incertitude de mesure ;
- Un contrôle du rendement des étalons internes d'extraction, avec des critères de déviation maximale par rapport à la gamme fixés majoritairement à 50% selon l'étalon considéré pour la filière 1, 70% pour la filière 2 (90% si l'étalon interne est un analogue marqué) et 90% pour la filière 3.

En cas d'anomalie sur un type de contrôle, c'est-à-dire une valeur inférieure à la LIA (limite inférieure d'action) ou supérieure à la LSA (limite supérieure d'action), ou en cas de non-respect des critères de validation pour les gammes de calibration ou les blancs, les analystes suivent la procédure de maîtrise des travaux non-conformes et les impacts sur les résultats sont étudiés par l'ingénieur recherche et/ou le responsable de pôles au cas par cas. Un fichier interne nommé « **Outil de suivi des méthodes d'analyses Micropolluants** » référencé ESS_ANA_FO_1086 assure ce suivi. Il existe un fichier pour chaque filière.

Tableau 6 : Types de contrôles par filière analytique

		Filière 1 GC-SV	Filière 2 LC-TNV	Filière 3 LC-Pol
Contrôles sans matrice	Préparation du contrôle	Ajout du solvant d'extraction à 200 mg de Célite, puis dopage des substances natives et des étalons internes.	Dopage des substances natives et des étalons internes dans le solvant d'extraction	Dopage des substances natives et des étalons internes dans le solvant d'extraction
Contrôles poussière	Préparation du contrôle	Ajout du solvant d'extraction sur 200 mg de poussière, puis dopage des substances natives et des étalons internes.	Ajout du solvant d'extraction sur 100 mg de poussière, puis dopage des substances natives et des étalons internes.	Ajout du solvant d'extraction sur 10 mg de poussière, puis dopage des substances natives et des étalons internes.
Concentrations	Limite de quantification	2-50 µg/L dans l'extrait (5-125 ng/g dans la poussière)	0,01-12,5 µg/L dans l'extrait (0,5-625 ng/g dans la poussière)	0,125 µg/L dans l'extrait (62,5 ng/g dans la poussière)
	Milieu de Gamme	50-1250 µg/L dans l'extrait (125-3125 ng/g)	0,05-62,5 µg/L dans l'extrait (2,5-3125 ng/g dans la poussière)	2,5 µg/L dans l'extrait (1250 ng/g dans la poussière)

Les contrôles poussière sont réalisés alternativement sur une des 3 poussières composites (PC1, PC2, et PC3) et sur un matériau de référence SRM 2585 (*organic contaminants in house dust*) préparé par le NIST (National Institute of Standards & Technology). Les poussières composites PC1, PC2, et PC3 sont préparées à partir de différentes poussières naturelles mélangées entre elles de telle sorte à couvrir une large gamme de charge organique :

- PC1 : 21% de charge organique ;
- PC2 : 42 % de charge organique ;
- PC3 : 58 % de charge organique.

3.4.6. Synthèse des rendements d'extraction, des LD, LQ et incertitudes

L'ensemble des rendements d'extraction absolus et relatifs, les limites de détection et de quantification, sont présentées au **Tableau 7** regroupant les 3 filières analytiques.

Les incertitudes de mesure élargies ont été déterminées à partir des contrôles réalisés au niveau LQ ou en milieu de gamme (avec et sans matrices poussières). Elles sont présentées au **Tableau 8** regroupant les 3 filières analytiques.

Tableau 7 : Rendement d'extraction absolu de l'analogue marqué en matrice poussières (RA_DUST en %) ou de la substance native sans matrice poussières (RA en %), rendement relatif (RR) observé sur points de contrôle au niveau LQ ou en milieu de gamme, rendement relatif matrice poussière en milieu de gamme (RR_DUST en %), limites de détection (LD) et de quantification (LQ) pour les 92 pesticides analysés dans les poussières.

Substance	N°CAS	Filière	Marqueurs d'extraction	RA_DUST (analogue marqué)	RA (substance native)	RR Contrôle LQ	RR Contrôle milieu gamme	RR_DUST milieu gamme	LD (ng/g)	LQ (ng/g)
2,4-D	94-75-7	2	2,4-D ¹³ C	36,9 % (± 6,2 %, n=36)	70 % (±19 %, n=3)	106% (± 14%, n=3)	97% (± 8%, n=3)	106% (± 15%, n=3)	10	25
2,4-MCPA	94-74-6	2	Icaridine D ₃	-	72% (±6 %, n=3)	125% (± 1%, n=2)	103% (± 16%, n=3)	79% (± 12%, n=3)	25	62,5
Acétamipride	160430-64-8	2	Acétamipride D ₃	65,5 % (± 11,6 %, n=36)	76% (±13 %, n=3)	99% (± 34%, n=2)	90% (± 19%, n=3)	93% (± 16%, n=3)	0,2	0,5
Acétochlore	34256-82-1	2	Métolachlore D ₆	-	84% (±4 %, n=3)	98% (± 13%, n=2)	102% (± 6%, n=3)	109% (± 21%, n=3)	25	62,5
Aldrine	309-00-2	1	Aldrine ¹³ C	96% (±15%, n=44)	87% (±4%, n=4)	100% (± 13%, n=6)	97% (± 6%, n=6)	-	2	5
Bifenthrine	82657-04-3	1	Bifenthrine D ₅	121% (±30%, n=44)	91% (±5%, n=4)	99% (± 3%, n=6)	96% (± 5%, n=6)	-	5	12,5
Boscalid	188425-85-6	2	Boscalid D ₄	39 % (± 10 %, n=36)	84% (±7 %, n=3)	100% (± 2%, n=2)	98% (± 4%, n=3)	87% (± 18%, n=3)	1	2,5
Brodifacoum	56073-10-0	2	Brodifacoum D ₄	28,6 % (± 22,1 %, n=36)	2% (±3 %, n=3)	296% (± 17%, n=2)	104% (± 60%, n=3)	98% (± 6%, n=3)	50	125
Bromoxynil octanoate	1689-99-2	1	Bifenthrin D ₅	-	87% (±5%, n=4)	92% (± 8%, n=6)	93% (± 7%, n=6)	-	125	250
Butraline	33629-47-9	1	Chlorpyrifos Ethyl D ₁₀	-	88% (±8%, n=4)	84% (± 8%, n=6)	95% (± 5%, n=6)	-	5	12,5
Carbaryl	63-25-2	2	Carbaryl D ₅	50,1 % (± 8,6 %, n=44)	90% (±8 %, n=3)	97% (± 11%, n=3)	105% (± 1%, n=3)	111% (± 45%, n=3)	2,5	6,25
Carbétamide	16118-49-3	2	Carbétamide D ₅	61,3 % (± 14,4 %, n=36)	76% (±12 %, n=3)	85% (± 35%, n=2)	93% (± 17%, n=3)	99% (± 14%, n=3)	0,2	0,5
Chlorothalonil	1897-45-6	1	Lindane ¹³ C	-	89% (±4%, n=4)	112% (± 13%, n=6)	103% (± 9%, n=6)	-	10	25
Chlorprophame	101-21-3	2	DEET D ₇	-	80% (±13 %, n=3)	112% (± 8%, n=2)	102% (± 4%, n=3)	86% (± 9%, n=3)	25	62,5
Chlorpyrifos-éthyl	2921-88-2	1	Chlorpyrifos Ethyl D ₁₀	116% (±19%, n=44)	89% (±4%, n=4)	102% (± 4%, n=6)	98% (± 3%, n=6)	-	5	12,5
Chlorpyrifos-méthyl	5598-13-0	1	Chlorpyrifos Ethyl D ₁₀	-	89% (±4%, n=4)	91% (± 15%, n=6)	94% (± 6%, n=6)	-	2	5

Substance	N°CAS	Filière	Marqueurs d'extraction	RA_DUST (analogue marqué)	RA (substance native)	RR Contrôle LQ	RR Contrôle milieu gamme	RR_DUST milieu gamme	LD (ng/g)	LQ (ng/g)
cis-Chlordane	5103-71-9	1	Dieldrine ¹³ C	-	89% (±6%, n=4)	101% (± 17%, n=6)	97% (± 5%, n=6)	-	2	5
trans-Chlordane	5103-74-2	1	Dieldrine ¹³ C	-	89% (±6%, n=4)	101% (± 17%, n=6)	97% (± 5%, n=6)	-	2	5
Citriodiol	42822-86-6	2	DEET D ₇	-	64% (±24 %, n=3)	71% (± 3%, n=2)	97% (± 18%, n=3)	113% (± 24%, n=3)	125	312,5
Cyfluthrine	68359-37-5	1	Fenpropathrine	-	87% (±13%, n=4)	67% (± 14%, n=6)	94% (± 8%, n=6)	-	5	12,5
lambda-Cyhalothrine	91465-08-6	1	Fenpropathrine	-	90% (±9%, n=4)	84% (± 16%, n=6)	100% (± 5%, n=6)	-	5	12,5
Cymoxanil	57966-95-7	2	Cymoxanil D ₃	54,6 % (± 13,0 %, n=44)	81% (±7 %, n=3)	104% (± 10%, n=3)	111% (± 9%, n=3)	95% (± 25%, n=3)	1	2,5
Cyperméthrine	52315-07-8	1	Fenpropathrine	-	91% (±10%, n=4)	88% (± 15%, n=6)	96% (± 5%, n=6)	-	10	25
Cyprodinil	121552-61-2	2	Cyprodinil D ₅	37,2 % (± 12,7 %, n=44)	2% (±2 %, n=3)	140% (± 40%, n=3)	118% (± 37%, n=3)	95% (± 21%, n=3)	1	2,5
DEET	134-62-3	2	DEET D ₇	63,5 % (± 10,5 %, n=44)	75% (±11 %, n=3)	120% (± 11%, n=3)	101% (± 7%, n=3)	82% (± 27%, n=3)	5	12,5
Deltaméthrine	52918-63-5	1	Hexaconazole	-	93% (±5%, n=4)	101% (± 11%, n=6)	96% (± 19%, n=6)	-	10	25
Diazinon	333-41-5	1	Diazinon D ₁₀	112% (±19%, n=44)	90% (±9%, n=4)	125% (± 10%, n=6)	99% (± 6%, n=6)	-	2	5
Dichlobénil	1194-65-6	1	Pentachlorobenzène ¹³ C	-	88% (±7%, n=4)	130% (± 42%, n=6)	99% (± 3%, n=6)	-	5	12,5
Dichlorprop-P	15165-67-0	2	Dichlorprop-P D ₃	44,4 % (± 15,8 %, n=44)	66% (±3 %, n=3)	97% (± 17%, n=3)	95% (± 10%, n=3)	81% (± 22%, n=3)	1	2,5
Dichlorvos	62-73-7	1	Dichlorvos D ₆	79% (±20%, n=44)	74% (±6%, n=4)	107% (± 15%, n=6)	100% (± 6%, n=6)	-	2	5
Dichloran	99-30-9	1	Malathion D ₆	-	89% (±4%, n=4)	93% (± 19%, n=6)	94% (± 8%, n=6)	-	5	12,5
Dicofol	115-32-2	1	Dicofol D ₈	139% (±47%, n=44)	95% (±25%, n=4)	90% (± 16%, n=6)	97% (± 6%, n=6)	-	10	25
Dieldrine	60-57-1	1	Dieldrine ¹³ C	79% (±17%, n=44)	86% (±8%, n=4)	98% (± 14%, n=6)	96% (± 6%, n=6)	-	5	12,5
Diéthion	563-12-2	1	Diéthion D ₂₀	135% (±22%, n=44)	88% (±10%, n=4)	87% (± 10%, n=6)	98% (± 3%, n=6)	-	2	5

Substance	N°CAS	Filière	Marqueurs d'extraction	RA_DUST (analogue marqué)	RA (substance native)	RR Contrôle LQ	RR Contrôle milieu gamme	RR_DUST milieu gamme	LD (ng/g)	LQ (ng/g)
Difénacoum	56073-07-5	2	Difénacoum D ₄	17,8 % (± 10,7 %, n=36)	1% (±1 %, n=3)	228% (-, n=1)	137% (± 52%, n=3)	112% (± 29%, n=3)	5	12,5
Difénoconazole	119446-68-3	2	Difénoconazole D ₆	37,4 % (± 14,3 %, n=36)	72% (±20 %, n=3)	99% (± 38%, n=2)	86% (± 15%, n=3)	65% (± 19%, n=3)	0,2	0,5
Diflufénicanil	83164-33-4	1	Bifenthrine D ₅	-	90% (±15%, n=4)	85% (± 13%, n=6)	93% (± 6%, n=6)	-	5	12,5
Diméthénamide-P	163515-14-8	2	Diméthénamide-P D ₃	39,6 % (± 7,43 %, n=44)	38% (±29 %, n=3)	99% (± 16%, n=3)	90% (± 14%, n=3)	88% (± 21%, n=3)	0,5	1,25
Diméthoate	60-51-5	1	Diméthoate D ₆	147% (±29%, n=44)	88% (±11%, n=4)	118% (± 33%, n=6)	100% (± 3%, n=6)	-	5	12,5
Endrine	72-20-8	1	Dieldrine ¹³ C	-	87% (±3%, n=4)	102% (± 21%, n=6)	102% (± 14%, n=6)	-	20	50
Epoxiconazole	133855-98-8	1	Fenpropathrine	-	85% (±10%, n=4)	83% (± 8%, n=6)	93% (± 6%, n=6)	-	2	5
Ethofenprox	80844-07-1	1	Etofenprox D ₆	121% (±17%, n=44)	90% (±5%, n=4)	100% (± 4%, n=6)	98% (± 4%, n=6)	-	5	12,5
Fénarimol	60168-88-9	1	Fenpropathrine	-	87% (±9%, n=4)	79% (± 10%, n=6)	96% (± 4%, n=6)	-	5	12,5
Fenpropidine	67306-00-7	2	Fenpropidine D ₁₀	42,0 % (± 15,6 %, n=44)	33% (±6 %, n=3)	101% (± 17%, n=3)	103% (± 10%, n=3)	95% (± 21%, n=3)	2,5	6,25
Fipronil	120068-37-3	1	Fipronil ¹³ C	172% (±100%, n=44)	81% (±19%, n=4)	90% (± 20%, n=6)	109% (± 7%, n=6)	-	5	13
Fluaziname	79622-59-6	2	Pyriproxyfène D ₄ + Trifloxystrobine D ₆	-	56% (±15 %, n=3)	104% (± 25%, n=2)	78% (± 31%, n=3)	84% (± 34%, n=3)	5	12,5
Flumétraline	62924-70-3	1	Diméthoate D ₆	-	86% (±7%, n=4)	100% (± 11%, n=6)	99% (± 5%, n=6)	-	5	12,5
Fluopyram	658066-35-4	2	Boscalid D ₄	-	91% (±11 %, n=3)	105% (± 5%, n=3)	107% (± 8%, n=3)	82% (± 10%, n=3)	2,5	6,25
Fluroxypyr	69377-81-7	2	Fluroxypyr D ₂	51,4 % (± 10,1 %, n=44)	84% (±1 %, n=3)	104% (± 6%, n=3)	97% (± 3%, n=3)	95% (± 22%, n=3)	5	12,5
Folpel	133-07-3	1	Folpel D ₄	203% (±206%, n=44)	78% (±8%, n=4)	97% (± 11%, n=6)	96% (± 9%, n=6)	-	50	125
Fosétyl-Al	39148-24-8	3	Fosétyl-aluminium D ₁₅	84 % (± 17 %, n=44)	91 % (± 12 %, n=5)	114% (± 8,4%, n=4)	91% (± 12%, n=4)	-	25	62,5
Glufosinate d'ammonium	77182-82-2	3	Glufosinate-d ₃ hydrochloride	76 % (± 14 %, n=44)	95 % (± 13 %, n=6)	95% (± 11%, n=4)	95% (± 13%, n=4)	-	25	62,5

Substance	N°CAS	Filière	Marqueurs d'extraction	RA_DUST (analogue marqué)	RA (substance native)	RR Contrôle LQ	RR Contrôle milieu gamme	RR_DUST milieu gamme	LD (ng/g)	LQ (ng/g)
Glyphosate	1071-83-6	3	Glyphosate 1,2- ¹³ C ₂ , ¹⁵ N	71 % (± 32 %, n=44)	105 % (± 6,3%, n=6)	95% (± 36%, n=4)	105% (± 6,3%, n=4)	-	25	62,5
Heptachlore	76-44-8	1	Lindane ¹³ C	-	87% (±3%, n=4)	98% (± 22%, n=6)	98% (± 5%, n=6)	-	2	5
Imidaclopride	138261-41-3	2	Imidaclopride D ₄	58,5 % (± 11,4 %, n=36)	80% (±17 %, n=3)	86% (± 27%, n=2)	92% (± 20%, n=3)	114% (± 12%, n=2)	0,5	1,25
Imiprothrine	72963-72-5	1	Diéthion D ₂₀	-	87% (±12%, n=4)	97% (± 6%, n=6)	92% (± 6%, n=6)	-	20	50
Lénacile	2164-08-1	1	Hexaconazole	-	93% (±20%, n=4)	100% (± 9%, n=6)	110% (± 9%, n=6)	-	2	5
Lindane	58-89-9	1	Lindane ¹³ C	93% (±17%, n=44)	89% (±5%, n=4)	104% (± 12%, n=6)	98% (± 4%, n=6)	-	5	12,5
Malathion	121-75-5	1	Malathion D ₆	131% (±30%, n=44)	85% (±9%, n=4)	96% (± 13%, n=6)	97% (± 8%, n=6)	-	2	5
Métaldéhyde	108-62-3	1	Métaldéhyde D ₁₆	46% (±18%, n=44)	88% (±7%, n=4)	101% (± 5%, n=6)	100% (± 7%, n=6)	-	50	125
Métazachlore	67129-08-2	2	Métazachlore D ₆	59,9 % (± 8,31 %, n=36)	75% (±13 %, n=3)	91% (± 26%, n=2)	92% (± 17%, n=3)	80% (± 8%, n=3)	0,5	1,25
Méthoprène	40596-69-8	1	Tolylfluanide D ₇	-	77% (±11%, n=4)	83% (± 15%, n=11)	97% (± 11%, n=11)	-	25	62,5
Métolachlore	87392-12-9	2	Métolachlore D ₆	38,6 % (± 7,79 %, n=36)	72% (±6 %, n=3)	86% (± 10%, n=2)	97% (± 18%, n=3)	100% (± 30%, n=3)	0,5	1,25
Métribuzine	21087-64-9	2	Fluroxypyr D ₂	-	81% (±0 %, n=3)	80% (± 9%, n=3)	92% (± 1%, n=3)	122% (± 33%, n=3)	2,5	6,25
Myclobutanil	88671-89-0	2	Myclobutanil-D ₉ (butyl-D ₉)	45,9 % (± 9,20 %, n=44)	68% (±11 %, n=3)	96% (± 14%, n=3)	91% (± 6%, n=3)	94% (± 8%, n=3)	0,5	1,25
Oxadiazon	19666-30-9	1	alpha-Endosulfan D ₄	-	88% (±5%, n=4)	98% (± 23%, n=6)	97% (± 5%, n=6)	-	2	5
Butoxyde de pipéronyle (PBO)	51-03-6	1	PBO D ₉	121% (±18%, n=44)	88% (±4%, n=4)	110% (± 13%, n=6)	99% (± 8%, n=6)	-	50	125
Pendiméthaline	40487-42-1	1	Pendiméthaline D ₅	182% (±39%, n=44)	91% (±10%, n=4)	101% (± 7%, n=6)	98% (± 2%, n=6)	-	5	12,5
Perchlordécone (Mirex)	2385-85-5	1	Pentachlorobenzène ¹³ C	-	90% (±7%, n=4)	150% (± 81%, n=6)	101% (± 2%, n=4)	-	2	5

Substance	N°CAS	Filière	Marqueurs d'extraction	RA_DUST (analogue marqué)	RA (substance native)	RR Contrôle LQ	RR Contrôle milieu gamme	RR_DUST milieu gamme	LD (ng/g)	LQ (ng/g)
Perméthrine	52645-53-1	1	Perméthrine D ₅	121% (±25%, n=44)	86% (±6%, n=4)	99% (± 10%, n=6)	96% (± 4%, n=6)	-	50	125
Phénothrine	188023-86-1	1	Fenpropathrine	-	89% (±4%, n=4)	89% (± 13%, n=6)	103% (± 8%, n=6)	-	50	125
Icaridine (Icaridine)	119515-38-7	2	Icaridine D ₃	68,7 % (± 9,39 %, n=44)	75% (±17 %, n=3)	106% (± 11%, n=3)	91% (± 9%, n=3)	98% (± 19%, n=3)	0,5	1,25
Prochloraze	67747-09-5	2	Prochloraze D ₇	41,4 % (± 13,3 %, n=36)	65% (±8 %, n=3)	87% (± 25%, n=2)	89% (± 16%, n=3)	87% (± 27%, n=3)	0,5	1,25
Propiconazole	60207-90-1	1	Dieldrine ¹³ C	-	87% (±7%, n=4)	85% (± 11%, n=6)	91% (± 7%, n=6)	-	5	12,5
Propyzamide	23950-58-5	2	Propyzamide D ₃	42,9 % (± 9,77 %, n=36)	71% (±14 %, n=3)	105% (± 3%, n=2)	99% (± 6%, n=3)	106% (± 4%, n=3)	1	2,5
Prosulfocarbe	52888-80-9	1	Chlorpyrifos Ethyl D ₁₀	-	78% (±9%, n=4)	92% (± 18%, n=11)	98% (± 8%, n=11)	-	2	5
Pyriméthanil	53112-28-0	2	Pyriméthanil D ₅	54,2 % (± 14,5 %, n=36)	7% (±10 %, n=3)	102% (-, n=1)	107% (± 6%, n=2)	98% (± 7%, n=2)	1	2,5
Pyrimicarbe	23103-98-2	2	Pyrimicarbe D ₆	62,1 % (± 10,3 %, n=36)	1% (±1 %, n=3)	127% (-, n=1)	100% (± 38%, n=3)	101% (± 9%, n=3)	0,2	0,5
Pyriproxifène	95737-68-1	2	Pyriproxifène D ₄	16,2 % (± 9,23 %, n=36)	52% (±14 %, n=3)	109% (± 4%, n=2)	78% (± 20%, n=3)	102% (± 17%, n=3)	1	2,5
Spiroxamine	118134-30-8	2	Spiroxamine D ₄	24,1 % (± 13,0 %, n=36)	9% (±3 %, n=3)	93% (± 14%, n=2)	90% (± 6%, n=3)	110% (± 10%, n=3)	2	5
Tébuconazole	107534-96-3	1	Perméthrine D ₅	-	89% (±17%, n=4)	76% (± 12%, n=6)	89% (± 10%, n=6)	-	2	5
Tébuthiuron	34014-18-1	2	Thiaclopride D ₄	-	70% (±17 %, n=3)	84% (± 21%, n=3)	65% (± 47%, n=3)	90% (± 25%, n=3)	0,2	0,5
Terbutryne	886-50-0	2	Diméthénamide-P D ₃	-	7% (±5 %, n=3)	31% (± 23%, n=3)	25% (± 25%, n=3)	108% (± 29%, n=3)	0,2	0,5
Tétramethrine	7696-12-0	1	Fenpropathrine	-	90% (±14%, n=4)	82% (± 10%, n=6)	93% (± 7%, n=6)	-	5	12,5
Thiaclopride	111988-49-9	2	Thiaclopride D ₄	50,3 % (± 8,39 %, n=36)	87% (±6 %, n=3)	100% (± 3%, n=3)	99% (± 5%, n=3)	106% (± 9%, n=3)	1	2,5
Tolyfluanide	731-27-1	1	Tolyfluanide D ₇	102% (±43%, n=44)	84% (±9%, n=4)	91% (± 20%, n=6)	98% (± 2%, n=6)	-	5	12,5

Substance	N°CAS	Filière	Marqueurs d'extraction	RA_DUST (analogue marqué)	RA (substance native)	RR Contrôle LQ	RR Contrôle milieu gamme	RR_DUST milieu gamme	LD (ng/g)	LQ (ng/g)
Transfluthrine	118712-89-3	1	Fenpropathrine	-	89% (±4%, n=4)	92% (± 20%, n=6)	100% (± 7%, n=6)	-	2	5
Triadiménol	55219-65-3	2	Triadiménol D ₄	49,8 % (± 16,1 %, n=36)	86% (±5 %, n=3)	107% (± 0%, n=2)	99% (± 1%, n=3)	95% (± 13%, n=3)	5	12,5
Triallate	2303-17-5	2	Pyriproxyfène D ₄ + Trifloxystrobine D ₆	-	79% (±48 %, n=3)	70% (± 3%, n=2)	97% (± 24%, n=3)	71% (± 2%, n=3)	125	312,5
Triclopyr	55335-06-3	2	2,4-D ¹³ C	-	78% (±6 %, n=3)	111% (± 12%, n=3)	110% (± 6%, n=3)	120% (± 44%, n=3)	250	625
Trifloxystrobine	141517-21-7	2	Trifloxystrobine D ₆	23,2 % (± 15,5 %, n=36)	83% (±18 %, n=3)	110% (± 9%, n=2)	88% (± 24%, n=3)	83% (± 26%, n=3)	13	31,25
Triticonazole	131983-72-7	2	Myclobutanil-D ₉ (butyl-D ₉)	-	73% (±14 %, n=3)	97% (± 20%, n=3)	88% (± 6%, n=3)	95% (± 12%, n=3)	0,25	0,625

RA_DUST : rendement d'extraction absolu de l'analogue marqué sur matrice poussières ;

RA : rendement d'extraction absolu de la substance native ;

RR : rendement d'extraction relatif de la substance native sur point de contrôle au niveau LQ ou au niveau milieu de gamme ;

RR_DUST : rendement d'extraction relatif de la substance native sur matrice poussières au niveau milieu de gamme ;

LD : limite de détection (en ng/g) ;

LQ : limite de quantification (en ng/g).

Tableau 8 : Incertitudes de mesures relatives élargies (U %) déterminées à partir des points de contrôles avec (PC_DUST) ou sans matrice poussières (PC) au niveau LQ et au niveau du milieu de gamme (_moyen).

Molécule	PC_LQ	U (%)	PC_moyen	U (%)	PC_DUST_LQ	U (%)	PC_DUST_moyen	U (%)	Plage U%
2.4 D	500	48%	2500	28%	500	46%	2500	32%	[28% - 48%]
2,4-MCPA	1250	57%	6250	31%	1250	35%	6250	39%	[31% - 57%]
Acétamipride	10	33%	50	23%	10	59%	50	33%	[23% - 59%]
Acétochlore	1250	17%	6250	12%	1250	21%	6250	20%	[12% - 21%]
Aldrine	2	46%	50	21%	2	55%	50	25%	[21% - 55%]
Bifenthrine	5	19%	125	11%	5	41%	125	15%	[11% - 41%]
Boscalid	50	24%	250	19%	50	48%	250	26%	[19% - 48%]
Brodifacoum	2500	36%	12500	26%	2500	46%	12500	29%	[26% - 46%]
Bromoxynil octanoate	100	24%	500	18%	100	24%	500	21%	[18% - 24%]
Butraline	5	49%	125	22%	5	37%	125	26%	[22% - 49%]
Carbaryl	125	15%	625	11%	125	39%	625	26%	[11% - 39%]
Carbétamide	10	35%	50	15%	10	46%	50	20%	[15% - 46%]
Chlorothalonil	10	32%	250	20%	10	63%	250	36%	[20% - 63%]
Chlorprophame	1250	27%	6250	31%	1250	44%	6250	42%	[27% - 44%]
Chlorpyriphos éthyl	5	26%	125	11%	5	59%	125	22%	[11% - 59%]
Chlorpyriphos méthyl	2	33%	50	15%	2	35%	50	21%	[15% - 35%]
cis-Chlordane	2	40%	50	12%	2	32%	50	19%	[12% - 40%]
trans-Chlordane	2	43%	50	13%	2	38%	50	21%	[13% - 43%]
Citriodiol	6250	24%	31250	22%	6250	27%	31250	21%	[21% - 27%]
Cyfluthrine	5	38%	125	22%	5	49%	125	27%	[22% - 49%]
Cymoxanil	50	35%	250	19%	50	42%	250	25%	[19% - 42%]
Cyperméthrine	10	42%	250	20%	10	67%	250	28%	[20% - 67%]
Cyprodinil	50	27%	250	16%	50	53%	250	30%	[16% - 53%]
DEET	250	39%	1250	12%	250	38%	1250	20%	[12% - 39%]
Deltaméthrine	10	37%	250	23%	10	51%	250	28%	[23% - 51%]

Diazinon	2	48%	50	20%	2	68%	50	17%	[17% - 68%]
Dichlobenil	5	23%	125	13%	5	24%	125	29%	[13% - 29%]
Dichlorprop	50	51%	250	24%	50	50%	250	25%	[24% - 51%]
Dichlorvos	2	39%	50	15%	2	47%	50	17%	[15% - 47%]
Dicloran	5	34%	125	17%	5	77%	125	28%	[17% - 77%]
Dicofol	10	43%	250	22%	10	49%	250	36%	[22% - 49%]
Dieldrine	5	28%	125	15%	5	48%	125	12%	[12% - 48%]
Difénacoum	250	20%	1250	22%	250	29%	1250	25%	[20% - 29%]
Difénoconazole	10	19%	50	16%	10	48%	50	21%	[16% - 48%]
Diflufenican	5	27%	125	17%	5	30%	125	15%	[15% - 30%]
Dimethenamide	25	17%	125	14%	25	36%	125	21%	[14% - 36%]
Diméthoate	5	47%	125	11%	5	36%	125	12%	[11% - 47%]
Endrine	20	27%	500	14%	20	43%	500	21%	[14% - 43%]
Epoxiconazole	2	30%	50	19%	2	48%	50	19%	[19% - 48%]
Ethion	2	27%	50	11%	2	35%	50	14%	[11% - 35%]
Etofenprox	5	20%	125	12%	5	27%	125	13%	[12% - 27%]
Fénarimol	5	26%	125	19%	5	29%	125	23%	[19% - 29%]
Fenpropidine	125	26%	625	17%	125	21%	625	19%	[17% - 26%]
Fipronil	5	32%	125	15%	5	45%	125	38%	[15% - 45%]
Fluazinam	250	41%	1250	31%	250	80%	1250	50%	[31% - 80%]
Flumétraline	5	29%	125	16%	5	28%	125	25%	[16% - 29%]
Fluopyram	125	15%	625	17%	125	43%	625	39%	[15% - 43%]
Fluroxypyr	250	33%	1250	23%	250	57%	1250	21%	[21% - 57%]
Folpel	50	35%	500	22%	50	33%	500	22%	[22% - 35%]
Fosétyl-Aluminium	0,125	54%	2,5	40%	0,125	46%	2,5	39%	[39% - 54%]
Glufosinate	0,125	60%	2,5	36%	0,125	65%	2,5	35%	[35% - 65%]
Glyphosate	0,125	48%	2,5	40%	0,125	58%	2,5	36%	[36% - 58%]
Heptachlore	2	30%	50	17%	2	44%	50	20%	[17% - 44%]

Icaridine	25	53%	125	28%	25	45%	125	31%	[28% - 53%]
Imidaclopride	25	41%	125	18%	25	72%	125	43%	[18% - 72%]
Imiprothrine	20	29%	500	14%	20	29%	500	16%	[14% - 29%]
Lambda cyhalothrine	5	40%	125	18%	5	43%	125	17%	[17% - 43%]
Lénacile	2	24%	50	18%	2	44%	50	18%	[18% - 44%]
Lindane	5	25%	125	12%	5	29%	125	14%	[12% - 29%]
Malathion	2	30%	50	12%	2	35%	50	13%	[12% - 35%]
Métaldéhyde	50	18%	500	12%	50	19%	500	22%	[12% - 22%]
Métazachlore	25	12%	125	12%	25	46%	125	31%	[12% - 46%]
Méthoprène	25	23%	250	16%	25	44%	250	22%	[16% - 44%]
Métolachlore	25	46%	125	18%	25	35%	125	19%	[18% - 46%]
Métribuzine	125	37%	625	25%	125	44%	625	38%	[25% - 44%]
Mirex	2	32%	50	23%	2	53%	50	29%	[23% - 53%]
Myclobutanil	25	32%	125	15%	25	45%	125	28%	[15% - 45%]
Oxadiazon	2	44%	50	25%	2	71%	50	26%	[25% - 71%]
PBO	50	23%	1250	11%	50	18%	1250	19%	[11% - 23%]
Pendiméthaline	5	31%	125	14%	5	45%	125	19%	[14% - 45%]
Perméthrine	50	19%	1250	11%	50	--	1250	25%	[11% - 25%]
Phénothrine	50	24%	1250	18%	50	38%	1250	22%	[18% - 38%]
Prochloraze	25	18%	125	18%	25	63%	125	28%	[18% - 63%]
Propiconazole	5	29%	125	19%	5	67%	125	17%	[17% - 67%]
Propyzamide	50	28%	250	17%	50	50%	250	20%	[17% - 50%]
Prosulfocarbe	2	47%	50	15%	2	40%	50	18%	[15% - 47%]
Pyriméthanil	50	22%	250	14%	50	40%	250	19%	[14% - 40%]
Pyrimicarbe	10	28%	50	16%	10	52%	50	18%	[16% - 52%]
Pyriproxyfène	50	35%	250	13%	50	43%	250	19%	[13% - 43%]
Spiroxamine	100	21%	500	15%	100	29%	500	13%	[13% - 29%]
Tébuconazole	2	34%	50	17%	2	45%	50	30%	[17% - 45%]
Tébuthiuron	10	16%	50	12%	10	38%	50	25%	[12% - 38%]

Terbutryne	10	46%	50	31%	10	42%	50	35%	[31% - 46%]
Tétraméthrine	5	32%	125	20%	5	77%	125	20%	[20% - 77%]
Thiaclopride	50	21%	250	11%	50	46%	250	14%	[11% - 46%]
Tolyfluanide	5	27%	125	11%	5	36%	125	18%	[11% - 36%]
Transfluthrine	2	29%	50	19%	2	51%	50	23%	[19% - 51%]
Triadiménol	250	10%	1250	10%	250	27%	1250	20%	[10% - 27%]
Triallate	6250	41%	31250	28%	6250	77%	31250	37%	[28% - 77%]
Trifloxystrobine	625	8%	3125	8%	625	25%	3125	23%	[8% - 25%]
Triticonazole	12,5	19%	62,5	18%	12,5	37%	62,5	22%	[18% - 37%]
Triclopyr	12500	44%	62500	30%	12500	49%	62500	30%	[30% - 49%]

3.4.7. Données d'analyse

Une fois réceptionnées au laboratoire, les poussières collectées subissent quatre traitements comme indiqués précédemment :

- La pesée des poussières collectées après leur tamisage à 100 µm ;
- L'extraction d'un aliquot de 200 mg de poussières tamisées pour l'analyse des pesticides semi-volatils par GC-MS/MS ;
- L'extraction d'un aliquot de 100 mg de poussières tamisées pour l'analyse des pesticides thermosensibles ou peu volatils par LC-MS/MS ;
- L'extraction d'un aliquot de 10 mg de poussières tamisées pour l'analyse des pesticides polaires par HILIC-MS/MS.

L'ensemble des données relatives à ces traitements sont transmis dans deux fichiers par le laboratoire. Le numéro d'échantillon du laboratoire, la référence client et le code identifiant du logement permettent de joindre les fichiers entre eux.

3.4.7.1. Liste des données associées à l'analyse des pesticides dans les poussières

- N° échantillon laboratoire (type 20.6414.1)
- Filière analytique (1 : GC/MSMS ; 2 : LC/MSMS ; 3 : HILIC/MSMS)
- Contrat : Pestiloge
- Référence_client : code du prélèvement (type 99LABC88_ASPO_POUSS-E)
- Date réception (jj/mm/aaaa)
- Type_produit : (poussières libres / sac aspirateur) ; correspond à la nature de l'échantillon⁵
- DTEX1 : Date d'extraction pour la filière 1 (jj/mm/aaaa)
- DTAN1 : Date d'analyse pour la filière 1 (jj/mm/aaaa)
- DTEX2 : Date d'extraction pour la filière 2 (jj/mm/aaaa)
- DTAN2 : Date d'analyse pour la filière 2 (jj/mm/aaaa)
- DTEX3 : Date d'extraction pour la filière 3 (jj/mm/aaaa)
- DTAN3 : Date d'analyse pour la filière 3 (jj/mm/aaaa)
- Etat_de_validation (résultats validés / annulé en cas de masse de poussières insuffisante pour la prise d'essai)
- Echant_date_validation (jj/mm/aaaa hh:mm) : date de validation par le laboratoire

⁵ A noter que cette variable est également présente dans la BDD associée au tamisage et à la pesée des poussières dans laquelle elle est beaucoup mieux renseignée.

- Commentaire_coma (champ texte) : commentaire associée à l'analyse, par exemple non-conformité d'un contrôle ou présence d'interférences liées à la matrice
- ANLY (complet / incomplet) : statut d'analyse de l'ensemble des substances recherchées. Le statut est incomplet si des résultats pour certaines substances n'ont pu être fournis

Pour chacune des 92 substances cibles recherchées :

- Concentration (ng/g) : valeur numérique (000,0) ou alphanumérique (< 00, avec 00 la valeur LD) ou « NA » (résultat annulé) ou encore « Présence » (présences de traces sans que le laboratoire puisse affirmer si le résultat est inférieur ou supérieur à LD).
- LD (ng/g) : valeur numérique (000,0)
- LQ (ng/g) : valeur numérique (000,0)

3.4.7.2. Validation des données d'analyse des poussières

Les limites de détection (LD) et de quantification (LQ) du laboratoire sont liées aux performances analytiques et sont fixées par les prises d'essai qui sont constantes pour chacune des filières.

L'absence de témoins pour la collecte des poussières, difficiles à mettre en place pour cette matrice environnementale, ne permet pas de déterminer si une contamination lors de la collecte et du transport de l'échantillon est possible. Et par conséquent, il n'est pas possible de savoir s'il y a lieu d'ajuster ou non les LD et LQ fournies par le laboratoire pour l'analyse des pesticides dans les poussières. Par défaut, les LD et LQ fournies par le laboratoire représentent donc les limites de détection et de quantification de la méthode (LDM et LQM).

La cohérence entre les identifiants fournis par les enquêteurs, lors du tamisage et de la pesée et lors des analyses est vérifiée.

Le délai de réception est calculé à partir de la date de collecte de l'échantillon. La tolérance est de 7 jours. L'échantillon est conservé en conditions réfrigérées avant envoi au laboratoire. Les échantillons qui dépassent cette tolérance sont considérés SUSPECTS mais par défaut EXPLOITABLES.

Les envois d'échantillons ne sont pas réalisés en conditions réfrigérées, au regard des essais de conservation dans différentes conditions de composés organiques semi-volatils dont des pesticides (Blanchard et al., 2014). Lorsque cela est possible l'envoi de l'échantillon de poussières est mutualisé avec celui des composés organiques semi-volatils (COSV) mesurés dans l'air et destinés au même laboratoire. Dans ce cas, l'échantillon bénéficie de la fraîcheur apportée par la réfrigération des COSV. Les informations relatives à la température à réception seule ne modifient pas le statut de qualité des échantillons.

Les commentaires signalant une anomalie lors de l'analyse conduisent à classer le résultat pour la substance citée comme SUSPECT mais EXPLOITABLE si un résultat est fourni, ou INV en absence de résultat.

La validation finale attribue pour chaque résultat de substance le statut :

- OK : résultat valide sans autres mentions ;

- SUSPECT mais EXPLOITABLE : résultat présent mais entachée d'une incertitude plus importante ;
- INV : résultat invalide.

4. VALIDATION DES DONNEES

4.1. Collecte des poussières

4.1.1. Validation des données de collecte d'échantillons de poussières

La collecte des poussières a été réalisée d'un commun accord avec l'occupant qui fournit un échantillon en l'état. Le questionnaire de collecte permet d'associer différents attributs à l'échantillon de poussières collectées sans pour autant modifier à ce stade un statut de validation, sauf en cas d'absence de collecte qui invalide le résultat pour le logement concerné.

Un code qualité est attribué à l'échantillon (VALIDATION_ECH) après sa réception au laboratoire et le tamisage des poussières collectées selon plusieurs niveaux de validation :

Premier niveau de validation :

- **OK** : état de l'échantillon conforme à tous les niveaux (sachet contenant la poussière intact) ;
- **INV** : échantillon invalidé du fait de l'absence de collecte en général (cas le plus fréquent) ou bien d'une masse de poussières insuffisante pour procéder à un tamisage ;
- **SUSPECT** : échantillon qui présente une non-conformité (sachet réceptionné ouvert ou percé/déchiré).

Les enquêteurs ont déclaré avoir procédé à 531 collectes d'échantillons de poussières (93 % sur 571 enquêtes). Mais, le laboratoire Leres en a réceptionné 532. Cette différence s'explique par les faits suivants :

- Un échantillon de poussières a été collecté en J8, alors que les occupants ont déclaré ne pas avoir passé l'aspirateur durant la semaine. L'échantillon sous forme de poussières libres a été envoyé et réceptionné par le laboratoire et contenait bien de la poussière tamisable. Il est déclaré conforme ;
- Un échantillon de poussières a déclaré avoir été collecté par les enquêteurs, mais il n'a pas été réceptionné par le laboratoire. Après examen de ce cas, aucune trace d'envoi n'a pu être retrouvé. La collecte de poussières est déclarée invalide car absence d'échantillon ;
- Un échantillon de poussières (sac aspirateur) a été réceptionné par le laboratoire sans avoir été déclaré collecté par les enquêteurs. Les conditions de l'enquête (absence d'aspirateurs dans le foyer) n'ont en effet pas conduit à la collecte d'un échantillon, mais les enquêteurs ont envoyé un sachet de collecte sans poussières au laboratoire. Aucun tamisage n'était possible, ce qui place cette collecte de poussières comme invalide ;
- Un échantillon de poussières (poussières libres) réceptionné par le laboratoire correspond à une enquête incomplète, écartée et qui a été refaite 3 mois plus tard. Cet échantillon en double provenant de l'enquête incomplète est définitivement écarté et n'est plus considéré par la suite.

La campagne a donc conduit à la collecte de 531 échantillons de poussières réceptionnés au laboratoire, dont 3 ont été déclarés invalides du fait de poussières collectées insuffisantes pour réaliser un tamisage. **Seuls 528 échantillons de poussières restent exploitables** (92,5 %).

4.1.2. Collectes d'échantillon invalides

Pour 40 logements (7 %), aucun échantillon de poussières n'a pu être collecté pour les raisons suivantes :

- 18 foyers ne possédaient pas d'aspirateurs, condition requise pour la collecte d'un échantillon de poussière (3,2 %) ;
- 10 refus des occupants (1,8 %) ;
- 9 recueils de poussières impossibles du fait d'un sac ou d'un réservoir vide avec soit une absence d'utilisation de l'aspirateur sur la semaine, ou encore un bac collecteur vidé avant l'arrivée des enquêteurs (1,6 %) ;
- 2 recueils impossibles du fait que les occupants n'utilisent pas leur d'aspirateur de manière générale (dysfonctionnement de l'appareil ou autre raison) – 0,4 % ;
- 1 échantillon de poussière déclaré avoir été collecté mais jamais envoyé au laboratoire (cas décrit précédemment).

4.1.3. Délais de réception des échantillons

Les délais de réception sont également vérifiés. La tolérance pour le délai de réception est normalement de 6 jours, en tenant compte d'un délai d'envoi de 4 jours et d'un délai de transport de 2 jours. Mais, l'échantillon collecté en J1 n'est pas systématiquement envoyé de suite au laboratoire, l'enquêteur attendant la fin de la semaine d'enquête pour envoyer les échantillons aux différents laboratoires. C'est notamment le cas pour la vague 2, où il est demandé aux enquêteurs de mutualiser leur envoi d'échantillons de poussières avec celui des échantillons de COSV. L'échantillon est conservé au frais par l'enquêteur durant tout ce temps. La tolérance sur la durée de réception est portée à 13 jours, en rajoutant les 7 jours de la semaine d'enquête.

La date d'envoi n'est malheureusement pas disponible et le délai de transport ne peut pas être calculé. Même si le suivi des envois chronoposts est bien disponible, l'association du n° chronopost à l'identifiant logement ne l'est pas, ce qui ne permet pas récupérer cette date d'envoi non renseignée. La validation porte donc uniquement sur la date de réception.

Sur les 528 échantillons exploitables, 40 présentent un délai de réception supérieur à 13 jours. Le délai de réception court jusqu'à 27 jours, sauf pour un cas atypique à 102 jours. Pour ce dernier, l'échantillon a été envoyé au mauvais laboratoire, oublié dans un carton avant d'être retrouvé et renvoyer au bon laboratoire. Même si l'envoi de cet échantillon s'est fait en conditions réfrigérées, il a passé plusieurs semaines à température ambiante. Il est donc identifié comme suspect. De même, tous les échantillons qui ont dépassé le délai de réception de 13 jours et réceptionnés à température ambiante sont classés suspects (23 échantillons avec celui pour lequel le délai est de 102 jours). Les échantillons ayant dépassé ce délai de réception mais arrivés frais au laboratoire sont également classés suspects (17 échantillons).

Le nombre d'échantillons suspects passe ainsi à 47. Tous ces échantillons restent exploitables.

Le délai de réception est en moyenne de $8,2 \pm 6,1$ jours, et varie de 1 à 102 jours pour les 528 échantillons.

4.2. Tamisage et pesées

Le tamisage de la poussière est réalisé après un temps de stockage de l'échantillon au congélateur où il est placé dès réception. Le délai de tamisage est de 3 mois après réception de l'échantillon (soit 90 jours). Le non-respect du délai de tamisage n'est pas jugé critique, étant donné sa conservation au congélateur durant ce laps de temps.

Le délai de tamisage est en moyenne de $35,8 \pm 23,3$ jours, avec un minimum de 4 jours et un maximum de plus de 90 jours pour deux échantillons (respectivement 94 et 95 jours).

Les opérations de quartage avant tamisage et le contenu de la poussière brut ne porte pas préjudice à la validation de l'échantillon.

Trois échantillons avec une masse initiale de poussières insuffisante, n'ont pas pu être tamisés et ont été déclarés invalides.

Certains échantillons ont pu être tamisés malgré une masse initiale de poussières très faible. Lorsque la masse de poussières tamisées et analysables était trop faible, l'analyse des pesticides n'a pas pu être menée en tout ou partie. Ce qui a donné lieu à l'invalidation de résultats d'analyse en fonction des filières et donc des substances visées.

Le résultat en termes de masses mesurées tamisées ou stockées reste valide, même si la masse observée est très faible et ne permet pas de faire l'analyse, qui elle est déclarée invalide.

La masse tamisée dépasse les 100 g pour 8 échantillons (résultat exprimé > 100 g). Pour le calcul des statistiques, la valeur imputée est de 100 g. il n'y a pas de valeurs censurées au regard de la masse initiale de poussières, ni sur la masse tamisée stockée (avec une valeur maximum cible autour de 20 g).

Pour les échantillons de poussières ayant fait l'objet d'opérations de quartage (52), la masse initiale de poussières brutes considère l'ensemble de l'échantillon avant quartage. L'opération de quartage est supposée respectée l'homogénéité de l'échantillon initial. La poussière soumise au tamisage est représentative de l'échantillon initial.

Les 38 échantillons de poussières tamisés à $250 \mu\text{m}$ ne sont pas décrits dans le cadre de ce rapport.

4.3. Validation des données d'analyse

Autant les données de collecte, de tamisage et les différents délais de traitement de l'échantillon permettent de valider les données à l'échelle de l'échantillon, autant les données d'analyse vont venir définir un niveau de validation à l'échelle d'une substance donnée.

Pour un échantillon suspect, l'ensemble des données de chaque substance est considéré comme suspect. A l'inverse, si le résultat pour une substance donnée est jugé suspect cela n'a

pas d'incidence sur un échantillon considéré conforme. La validation de l'échantillon reste conforme et la validation du résultat d'analyse de la substance conclut en donnée suspecte.

Même si l'échantillon est considéré exploitable (conforme ou suspect), avec une masse tamisée effectivement déterminée, il est possible que la masse pesée soit insuffisante pour lancer une filière analytique donnée et conduire à l'invalidation des données d'analyse des substances correspondantes (voir section 4.3.3).

4.3.1. Délais d'extraction et d'analyse

Les délais d'extraction sont établis par filière au regard de la date de tamisage et de stockage de la poussière tamisée. Pendant ce temps, la poussière tamisée est conservée au congélateur à une température inférieure à -25 °C.

Les délais d'analyse sont déterminés à partir de la date d'extraction. Les extraits sont conservés au congélateur durant ce délai.

L'analyse des échantillons PestiLoge ne s'est pas faite au fil de l'eau. En effet, les développements analytiques ne se sont achevés que dans le courant de l'année 2021, alors que les enquêtes CNL2 étaient lancées et les échantillons réceptionnés au laboratoire. Par ailleurs, le laboratoire était également chargé des analyses des échantillons de la campagne PestiRiv qui a démarré en octobre 2021. Après concertation avec l'Anses, il a été décidé de privilégier l'analyse des échantillons PestiRiv devant ceux de PestiLoge dans l'attente d'absorber le surplus d'analyses à réaliser.

Pour la filière GC, le délai d'extraction après tamisage est en moyenne de 145 ± 91 jours, avec un minimum de 14 jours et un maximum porté à 476 jours. Un total de 264 échantillons (sur 489 analyses GC, soit 54 %) a été extrait sous les 4 mois (objectif de délai maximal initial). L'analyse GC a été réalisée en moyenne 11 ± 14 jours après extraction (de 1 à 50 jours).

Le délai d'extraction pour la filière LC est en moyenne de 243 ± 129 jours, avec une variation de 43 à plus de 700 jours pour deux échantillons (respectivement 756 et 762 jours). Seuls 75 échantillons (15 % des 495 analyses LC) ont été extraits sous les 120 jours visés initialement. L'analyse s'est ensuite déroulée rapidement, en moyenne 3 ± 3 jours après extraction (de 1 à 17 jours).

Le délai d'extraction pour la filière polaire se situe également en moyenne à 291 ± 147 jours (entre 22 et 497 jours), avec 68 échantillons (13 % des 504 analyses POL) sous la barre des 120 jours visés. L'analyse s'est déroulée dans la foulée, en moyenne $0,3 \pm 1,0$ jours après extraction (de 0 à 5 jours).

Ces délais n'entraînent pas de changement dans le code qualité attribué aux échantillons en l'état des connaissances. Le projet Cocopop initié par le laboratoire Leres en collaboration avec l'Anses et le CSTB, dans le cadre d'une convention de recherche et développement, a justement pour objectif d'identifier les éventuelles limites de conservation des poussières stockées sous différentes conditions.

4.3.2. Analyses invalides

Le **Tableau 9** indique le nombre de résultats d'analyses invalidés pour chaque logement concerné selon la filière analytique. La filière GC permet de fournir 48 résultats à chaque analyse concernant les pesticides semi-volatils. L'invalidation de 48 résultats pour un logement correspond à l'absence de mise en œuvre de la filière analytique pour ce logement. Il en est de même pour la filière LC avec jusqu'à 41 résultats sur les pesticides thermosensibles ou non-volatils, ainsi que pour la filière polaires (POL) avec les 3 résultats concernant le fosétyl-aluminium, le glufosinate et le glyphosate.

Ainsi, pour 39 logements, la filière GC n'a pas pu être mise en œuvre du fait d'une masse insuffisante de poussières tamisées analysables (y compris pour le logement 13LANV13 malgré les 20 grammes de poussières tamisées). Pour le logement 16LCQB33, c'est un incident technique avec la casse du flacon contenant la poussière tamisée avant stockage, qui ne permet pas de réaliser les analyses.

Pour la filière LC, les résultats de 33 logements ont été invalidés pour les mêmes raisons. Et il en est également de même avec la filière POL pour les 3 composés très polaires, avec 24 logements pour lesquels aucun résultat n'a pu être rendu.

Au final, 11 logements voient les résultats des 3 filières analytiques complètement invalidées, sans aucune donnée d'analyse exploitable. Sur les 528 logements, 517 disposent d'au moins une donnée exploitable sur la mesure des pesticides dans les poussières. Pour ces 517 logements, le nombre de résultats disponibles peut varier de seulement 2 jusqu'à 92, selon d'une part la mise en œuvre effective des filières et la validation des résultats au sein de chaque filière analytique.

Ainsi, 142 des 517 logements présentent des résultats incomplets pour au moins une filière. Pour la filière polaire, deux logements sont concernés avec l'invalidation des résultats en glyphosate et glufosinate notamment. Pour la filière GC, 22 logements sont concernés avec des résultats invalidés le plus souvent pour le dicofol. La filière LC est la plus concernée avec 122 logements dont les résultats sont incomplets concernant tout particulièrement le brodifacoum, mais également d'autres substances comme la spiromaxine. Une analyse LC incomplète peut se voir annuler jusqu'à 33 résultats, donc des données manquantes pour 33 substances différentes.

Tableau 9 : Nombre de résultats d'analyses invalidés par filière (GC, LC et POL pour polaires) au regard de la masse tamisée (g) sur la base des 528 échantillons de poussières initialement exploitables avec au moins une filière analytique complète invalidée.

LOGEMENT	GC	LC	POL	TOTAL	Masse tamisée (g)
01LGTR66	48			48	0,27
01LIUJ13	1	41		42	0,5
01LJYE32	48	41	3	92	0,11
01LKRU19	48	41		89	0,04
01LMJB25	48	41		89	0,1
01LMNM90		1	3	4	0,4
01LOKP74	48	41		89	0,4
01LYUP49	48	41		89	0,7

LOGEMENT	GC	LC	POL	TOTAL	Masse tamisée (g)
02LRVL70	48			48	0,6
02LVXI62			3	3	7,4
03LRAL62			3	3	0,35
03LVRA29	48	41	3	92	0,1
04LJWX15		41		41	0,27
04LNUK39	48	1		49	0,22
04LTUL28		2	3	5	0,4
04LUTX85		41		41	0,4
04LZEE39	48			48	0,36
05LCHJ99		41		41	0,6
05LFDT18	48	1		49	0,3
05LIIA21			3	3	0,4
05LLRX01			3	3	0,4
05LTV A85	48	41	3	92	0,03
06LAKW39		41		41	0,33
06LARH56	1	1	3	5	0,6
06LCTF27	48	41		89	0,1
07LAZX20	48	41		89	0,2
07LG0J74	48		3	51	0,17
07LJRN98	48			48	0,3
07LUFJ83	48	1		49	0,4
08LDHQ73	48	41	3	92	0,1
09LJOI61	48	41		89	0,21
09LTEI87		41		41	0,4
09LXVW54		41		41	0,44
09LZE000	48	41	3	92	0,2
10LBTM04	48	41	3	92	0
10LJOP26	48	41	3	92	0,1
10LQWB34	48			48	0,2
11LFWI87	48			48	0,3
12LNQV31	48		3	51	0,3
12LQXE25	48			48	0,3
12LUKF59	1		3	4	0,7
12LYAG94	48	1		49	0,3
13LANV13	48	41	3	92	20,2
14LBSM01		41		41	0,3
14LBYA06	48	41	3	92	0,1
14LGXE02	48			48	0,2
15LAEV20	48			48	0,3
15LBSS72		41	3	44	0,4
16LCQB33	48	41	3	92	2,0
16LCQP38		41	3	44	0,3
16LRJY52	48			48	0,3

LOGEMENT	GC	LC	POL	TOTAL	Masse tamisée (g)
16LVCC99	48			48	0,4
17LIEQ46		1	3	4	0,5
17LZYP79	48	41		89	0,2
18LBOJ87	48	41	1	90	0,2
18LCGA45		41		41	0,4
18LDSA68		41		41	0,3
18LMDK18	48	41	3	92	1
20LAHI86	48			48	0,3
20LYLZ20	48	41		89	0,1
Total logements invalides	39	33	24	11	-
Total logements exploitables	489	495	504	517	-

A l'échelle de l'échantillon, 517 sur 528 échantillons de poussières présentent des résultats d'analyse souvent incomplets :

- 504 échantillons affichent des données le plus souvent complètes sur les pesticides polaires (filière POL) ;
- 495 échantillons sont associés à des données parfois incomplètes sur les pesticides thermosensibles ou non-volatils (filière LC) ;
- 489 échantillons associés à des données parfois incomplètes sur les pesticides semi-volatils (filière GC).

4.3.3. Validation de la donnée au niveau substance

Le résultat fourni par le laboratoire est une donnée de concentration exprimée en nanogramme de substance par gramme de poussières tamisées (ng/g). Lorsque le résultat est inférieur à la LD, le laboratoire affiche le résultat < LD.

Dans certains cas, les résultats des points de contrôles ne sont pas satisfaisants avec la conséquence que le résultat de la substance concernée au niveau de l'échantillon est annulé. Ce qui correspond à une donnée manquante (« NA »). Il en va de même lorsque des interférences liées à la matrice sont observées et le rendement de l'étalon interne n'est pas conforme.

Pour quelques cas, le laboratoire indique la mention « Présence » uniquement au lieu d'une valeur chiffrée ou d'une mention < LD. Cette mention correspond à la certitude du laboratoire d'avoir détecté des traces de la substance dans le signal chromatographique, sans pour autant qu'il puisse être en mesure de positionner ce résultat par rapport à la valeur LD. N'étant ni < LD, ni > LD, il a été décidé d'imputer cette mention de présence par la valeur LD. Le résultat contribue ainsi à la fréquence de détection (proportion $\geq$ LD) et est intégré dans les statistiques descriptives. Cette valeur reste imprécise et de ce fait, un code qualité SUSPECT lui est attribué. Le résultat est toutefois considéré exploitable.

De nouvelles variables sont créées à partir des données transmises par le laboratoire pour chaque substance :

- « EST < LD » : si la concentration est égale à « < LD » ou « < 00 », la variable est codée comme 1 sinon 0, ou NA en cas de donnée invalide ;
- « EST < LQ » : si la concentration est inférieure à la valeur LQ ou « EST > LD » = 1, la variable est codée comme 1 sinon 0, ou NA en cas de donnée invalide ;
- « EST >= LD » : si la concentration est supérieure ou égale à la valeur LD ou la concentration porte la mention « Présence », la variable est codée comme 1 sinon 0, ou NA en cas de donnée invalide ;
- « EST >= LQ » : si la concentration est supérieure ou égale à la valeur LQ, la variable est codée comme 1 sinon 0, ou NA en cas de donnée invalide ;
- CONCENTRATION_NUM : cette nouvelle variable recode de façon intégralement numérique les données de concentration fournies par le laboratoire de la façon suivante :
 - Si « < LD » ou « < 0,000 », la nouvelle variable intègre l'imputation de la valeur numérique LD/2 (format 0,000 ng/g) ;
 - Si « Présence », la nouvelle variable intègre l'imputation de la valeur numérique LD (format 0,000 ng/g) ;
 - Si « 0000,000 », la nouvelle variable reprend le nombre 0000,00 (format 0000,000 ng/g) ;
 - Si « Annulé », la nouvelle variable indique la mention de valeur manquante « NA ».

Les limites de détection (LD) et de quantification (LQ) sont restées identiques pour une même substance sur l'ensemble des échantillons analysés.

Tout commentaire associée à l'analyse d'une substance qui porte sur une possible surestimation, ou une incertitude plus importante du fait d'un écart observé sur les points de contrôles, entraîne un code qualité SUSPECT.

4.4. Bilan de collecte des poussières et de validation des mesures de pesticides

Sur l'ensemble de la campagne, le bilan de la collecte des poussières est le suivant :

- **528 échantillons de poussières collectés et tamisés exploitables :**
 - 481 échantillons conformes ;
 - 47 échantillons suspects :
 - 6 échantillons réceptionnés avec un sachet de collecte mal fermé ;
 - 1 échantillon réceptionné avec un sachet de collecte déchiré ;
 - 40 échantillons avec un délai de réception supérieur à 13 jours.
- **43 logements sans échantillons de poussières ou invalidés :**

- 18 foyers ne possédaient pas d'aspirateurs, condition requise pour la collecte d'un échantillon de poussière ;
- 10 refus des occupants de procéder à la collecte ;
- 9 recueils de poussières impossibles du fait d'un sac ou d'un réservoir vide avec absence d'utilisation de l'aspirateur sur la semaine, ou bac collecteur vidé avant l'arrivée des enquêteurs ;
- 2 recueils impossibles du fait que les occupants n'utilisent pas leur d'aspirateur de manière générale (dysfonctionnement de l'appareil ou autre raison) ;
- 1 échantillon de poussière déclaré avoir été collecté mais jamais envoyé au laboratoire ;
- 3 échantillons collectés avec une masse insuffisante pour procéder au tamisage.

Le bilan d'analyse des poussières dans les poussières collectées est le suivant sur la base des 528 échantillons exploitables :

- **517 échantillons de poussières analysés avec des résultats disponibles pour au moins une des 3 filières (GC, LC ou POL) :**
 - 504 échantillons affichent des données le plus souvent complètes sur les pesticides polaires (filière POL) ;
 - 495 échantillons sont associés à des données parfois incomplètes sur les pesticides thermosensibles ou non-volatils (filière LC) ;
 - 489 échantillons associés à des données parfois incomplètes sur les pesticides semi-volatils (filière GC).
- **11 échantillons de poussières sans aucune des 3 filières analytiques (GC, LC ou POL) mises en œuvre :**
 - 10 échantillons avec une masse de poussières tamisées et analysables insuffisantes pour mettre en œuvre ne serait-ce qu'une seule filière ;
 - 1 échantillon dont le flacon avec la poussière tamisée s'est cassé avant analyse.

A l'échelle de chaque substance, le bilan de données d'analyse disponibles et exploitables est présenté au **Tableau 10**.

Tableau 10 : Bilan des données d'analyse disponibles et exploitables par substance

Substance	Filière	N exploitables	N annulés
2,4-D	LC	495	33
2,4-MCPA	LC	493	35
Acétamipride	LC	495	33
Acétochlore	LC	484	44
Aldrine	GC	489	39

Substance	Filière	N exploitables	N annulés
Bifenthrine	GC	489	39
Boscalid	LC	494	34
Brodifacoum	LC	445	83
Bromoxynil octanoate	GC	489	39
Butoxyde de pipéronyle (PBO)	GC	489	39
Butraline	GC	489	39
Carbaryl	LC	495	33
Carbétamide	LC	495	33
Chlorothalonil	GC	487	41
Chlorprophame	LC	493	35
Chlorpyrifos-éthyl	GC	489	39
Chlorpyrifos-méthyl	GC	489	39
cis-Chlordane	GC	489	39
Citriodiol	LC	493	35
Cyfluthrine	GC	489	39
Cymoxanil	LC	495	33
Cyperméthrine	GC	489	39
Cyprodinil	LC	495	33
DEET	LC	487	41
Deltaméthrine	GC	489	39
Diazinon	GC	489	39
Dichlobénil	GC	489	39
Dichlorprop-P	LC	495	33
Dichlorvos	GC	488	40
Dicloran	GC	485	43
Dicofol	GC	479	49
Dieldrine	GC	489	39
Diéthion	GC	489	39
Difénacoum	LC	482	46
Difénoconazole	LC	494	34
Diflufénicanil	GC	489	39
Diméthénamide-P	LC	494	34
Diméthoate	GC	489	39
Endrine	GC	489	39
Epoxiconazole	GC	489	39
Etofenprox	GC	489	39
Fénarimol	GC	489	39
Fenprovidine	LC	489	39
Fipronil	GC	487	41
Fluaziname	LC	485	43
Flumétraline	GC	489	39

Substance	Filière	N exploitables	N annulés
Fluopyram	LC	490	38
Fluroxypyr	LC	494	34
Folpel	GC	489	39
Fosétyl-Aluminium	POL	504	24
Glufosinate d'ammonium	POL	503	25
Glyphosate	POL	502	26
Heptachlore	GC	489	39
Icaridine	LC	495	33
Imidaclopride	LC	494	34
Imiprothrine	GC	489	39
lambda-Cyhalothrine	GC	489	39
Lénacile	GC	489	39
Lindane	GC	487	41
Malathion	GC	489	39
Métaldehyde	GC	488	40
Métazachlore	LC	493	35
Méthoprène	GC	489	39
Métolachlore (S-)	LC	495	33
Métribuzine	LC	488	40
Myclobutanil	LC	493	35
Oxadiazon	GC	489	39
Pendiméthaline	GC	489	39
Perchlordécone (Mirex)	GC	489	39
Perméthrine	GC	489	39
Phénothrine	GC	489	39
Prochloraze	LC	494	34
Propiconazole	GC	489	39
Propyzamide	LC	495	33
Prosulfocarbe	GC	489	39
Pyriméthanil	LC	495	33
Pyrimicarbe	LC	495	33
Pyriproxifène	LC	488	40
Spiroxamine	LC	471	57
Tébuconazole	GC	489	39
Tébutiuron	LC	494	34
Terbutryne	LC	481	47
Tétraméthrine	GC	489	39
Thiaclopride	LC	495	33
Tolyfluanide	GC	488	40
trans-Chlordane	GC	489	39
Transfluthrine	GC	489	39

Substance	Filière	N exploitables	N annulés
Triadiménol	LC	494	34
Triallate	LC	483	45
Triclopyr	LC	491	37
Trifloxystrobine	LC	492	36
Triticonazole	LC	484	44

5. METHODOLOGIE STATISTIQUE

Les analyses statistiques ont été réalisées avec SAS Enterprise Guide (version 8.3 ; SAS Institute Inc., USA), XLStat Premium (2021.1.1, Addinsoft) et R version 4.3.0 (R Core Team, 2023a), via R Studio version 2023.3.1.446 (RStudio Team, 2023), en exploitant les packages suivants : tidyverse (Wickham et al., 2019), icarus (Rebecq, 2016), ggplot2 (Wickham, 2016), stats (R Core Team, 2023b), FactoMineR (Husson et al., 2023), vcd (Meyer et al., 2023). Ces packages ont été essentiels pour manipuler, analyser et visualiser les données de la CNL2.

Une correction de Bonferroni (Dunn, 1961) a été appliquée à l'ensemble des tests réalisés, notamment lors du calcul des poids de sondage.

5.1. Unité statistique et représentativité des résultats

L'unité statistique d'intérêt dans le présent rapport est le logement.

Les niveaux de concentration sont présentés au niveau du logement même si les mesures ont été effectuées dans certaines pièces spécifiques du logement (séjour principal notamment). Chaque mesure est avant tout représentative de la pièce instrumentée. Les concentrations dans les différentes parties de la pièce sont considérées homogènes. Une mesure dans une pièce peut ne pas être représentative de l'ensemble du logement. Néanmoins, une mesure intégrée sur 7 jours permet de lisser les écarts pouvant apparaître liés à une hétérogénéité des concentrations dans une même pièce et entre les pièces d'un même logement. Cela tient également à l'hétérogénéité de la localisation des différentes sources au sein d'un logement.

L'instrumentation du séjour principal vise à capturer les émissions associées aux différentes activités domestiques. Le séjour en tant que pièce centrale du logement est au carrefour des différentes activités mises en œuvre dans le logement.

Même si chaque résultat de mesure est associé à un logement, il convient de se rappeler que la mesure est avant tout représentative de la pièce dans laquelle elle a été réalisée.

Chaque logement est instrumenté une seule fois sur une semaine particulière de l'année. Les variations possibles d'une semaine sur l'autre au sein d'un même logement, et donc les variations saisonnières ne sont pas couvertes par la campagne qui ne cible qu'une seule semaine dans l'année. La campagne représente une photographie instantanée de la qualité de l'air à l'échelle nationale sur une semaine moyenne intégrant un peu plus de deux années d'observation 2021 et 2022. A ce titre, l'analyse de l'ensemble des logements permet de rendre compte des estimations moyennées annuellement. En revanche, la comparaison entre différentes périodes doit tenir compte de la variation d'autres facteurs, notamment le fait que toute comparaison se fera nécessairement sur différents logements avec les limites que cela comporte.

De la même façon, le nombre de logements enquêtés a été établi pour représenter le parc de résidences principales en France métropolitaine continentale. Les données collectées ne sont absolument pas représentatives à l'échelle d'une région, d'un département ou d'une commune enquêtée.

5.2. Incertitudes sur les centiles de distribution de concentration

Un centile de distribution d'une concentration peut se traduire par la proportion de logements dépassant un certain niveau de concentration. Ce dernier est lié à la taille de l'échantillon de logements. En effet, l'absence de dépassement d'un niveau de concentration au sein des logements enquêtés ne signifie pas pour autant une absence de dépassement au niveau de la population. En réalisant de nouvelles enquêtes sur de nouveaux logements (donc en augmentant la taille de l'échantillon), il existe une probabilité même faible d'observer un dépassement de ce niveau, alors qu'aucun dépassement n'avait été observé sur l'échantillon précédent.

De même, une incertitude accompagne toute estimation du centile de distribution de la concentration. La proportion de dépassement (et donc la valeur de concentration associée au centile) est rattachée avant tout à l'échantillon de logements enquêtés, lequel représente le parc de résidences principales avec un jeu de pondération centré sur les caractéristiques du logement et du ménage. Toutes les sources de pollution et les activités domestiques pouvant affecter la concentration des pesticides ne sont pas forcément représentées dans l'échantillon de logements enquêtés, même s'il est représentatif des caractéristiques du parc. L'échantillon de logements peut intégrer des logements atypiques et inversement des logements atypiques peuvent ne pas avoir été pris en compte. Le centile de distribution d'une concentration reste donc une estimation de la part du parc affecté, qui s'accompagne d'une incertitude.

5.3. Redressement et pondérations

Une pondération est appliquée à l'échantillon de logements dans les analyses statistiques afin de rendre leurs conclusions représentatives de celles du parc national de logements. Le calcul des pondérations a donc pour but de supprimer ou de limiter les biais introduits par la non-réponse des logements (Deroyon, 2017) et d'améliorer la précision des estimations en mobilisant au mieux l'information auxiliaire disponible via un calage sur marges.

L'individu statistique d'intérêt est donc le logement en tant que résidence principale.

La méthodologie de redressement et de pondérations est détaillée dans le premier rapport descriptif de la CNL2 (Ramalho et al., 2025). Les différentes étapes sont résumées ci-après.

Un redressement en trois étapes, suivi d'un calage sur marge, a conduit à l'élaboration d'un jeu de pondération qui permet d'exprimer les résultats observés à l'échelle du parc de 29,7 millions de résidences principales en France métropolitaine continentale.

La première étape a consisté à transformer les poids de sondage établis à l'échelle des individus dans l'enquête EHIS en poids de sondage à l'échelle du logement. Dans la deuxième étape, la probabilité d'accepter de fournir ses coordonnées pour être contacté afin de participer à la CNL2 a été modélisée. Le modèle tient compte de différentes variables socio-démographiques (catégorie socio-professionnelle, âge et situation maritale de la personne de référence, du nombre d'occupants du logement, du type de logement, du niveau de vie du ménage et du statut du répondant au sein du ménage), de variables propres au logement ou au ménage (gêne perçue associée à la chaleur estivale ou aux bruits extérieurs, dégâts liés à l'humidité dans le logement), d'une variable géographique (région administrative) et d'une variable associée à la passation du questionnaire EHIS (durée du questionnaire). La troisième

étape du calcul des poids consiste à intégrer la probabilité de participation finale à l'enquête CNL2 dans le redressement.

Les variables retenues dans le modèle final sont la catégorie socioprofessionnelle de la personne de référence, le statut d'occupation du logement, la structure du ménage, la surface totale du logement et le mode de collecte des données (face-à-face ou téléphone).

La dernière étape du calcul des poids de sondage consiste à réaliser un calage sur marges en prenant comme référence les années 2021 et 2022. Cette étape permet de « caler » la répartition des logements de l'échantillon sur celle du parc de résidences principales en France, au regard de différentes variables auxiliaires (appelées variables de calage). Les variables utilisées pour le calage sont la pyramide des âges par sexe, la région (même découpage que celui utilisé pour la CNL1), la tranche de taille d'unité urbaine, la zone climatique d'hiver, la date de construction et le type de logement, le nombre de personnes du ménage et le statut d'occupation.

5.4. Croisements entre concentrations de pesticides et caractéristiques des logements

Les croisements entre concentrations de pesticides dans les poussières et caractéristiques des logements et des ménages ont été réalisés à l'échelle de l'échantillon des 528 logements (selon le nombre de résultats d'analyse valides par substance). Les comparaisons ne sont pas réalisées sur des données pondérées à ce stade et ne sont donc pas exprimées à l'échelle de la population.

Les concentrations prises en compte sont toutes numériques en imputant la valeur LD/2 à toute valeur inférieure à la LD. Les valeurs brutes comprises entre LD et LQ ont été conservées. Les substances avec moins de 40 % de détection n'ont pas été considérées. Des tests de Mann-Whitney ou de Kruskal-Wallis ont été réalisés pour vérifier la significativité des différences observées sur les concentrations croisées selon les différentes modalités. Une correction de Bonferroni a été appliquée pour tenir compte du nombre de comparaisons effectuées pour chaque caractéristique visée.

6. RESULTATS DE LA COLLECTE DE POUSSIÈRES DANS LES LOGEMENTS EN FRANCE

6.1. Estimation du taux d'équipement en aspirateur des foyers

Le questionnaire administré à la personne de référence du ménage dans le cadre de la collecte des poussières du logement permet d'estimer le taux d'équipement en aspirateur des ménages à l'échelle du parc de résidences principales (voir la section 5.3. Redressement et pondérations).

Le **Tableau 11** indique que le taux d'équipement en aspirateur des foyers est de l'ordre de 93 %, avec 27 % des foyers qui en possèdent plusieurs. Le type d'aspirateur principalement retrouvé et utilisé dans les logements est un aspirateur sans sac. Dans de rares situations, même si le foyer possède un ou plusieurs aspirateurs, c'est le balai qui reste principalement utilisé.

Tableau 11 : Taux d'équipement en aspirateur des foyers (champ : parc de résidences principales en France métropolitaine continentale)

Caractéristiques	N	Pourcentage
Disposez-vous d'un ou plusieurs aspirateurs ?		
Oui, un seul	19 503 607	65,6
Oui, plusieurs	8 033 637	27,0
Non	2 097 093	7,1
Ne souhaite pas répondre	77 257	0,3
Total	29 711 595	100
Quel type d'aspirateur utilisez-vous principalement pour nettoyer votre logement ?		
Aspirateur avec sac	10 625 929	35,8
Aspirateur sans sac	16 391 837	55,2
Pas d'aspirateur utilisé, uniquement le balai	43 289	0,1
Autre type d'aspirateur	476 189	1,6
Sans objet (pas d'aspirateur et sans réponses)	2 174 351	7,3
Total	29 711 595	100

6.2. Résultats de collecte des poussières

6.2.1. Masse de poussières collectées

Les résultats des pesées de poussières sont disponibles respectivement au **Tableau 12** pour la masse initiale brute de poussières, au **Tableau 13** pour la masse de poussières tamisées à 100 µm, et au **Tableau 14** pour la masse de poussières stockées disponibles pour analyse. Les masses collectées sont exprimées à l'échelle du parc de résidences principales et en fonction du type d'échantillon (poussières libres directement dans le sachet de collecte ou sac d'aspirateur dans un sachet de collecte).

La masse initiale de poussières collectées peut dépasser 1 000 grammes pour certains échantillons, mais elle ne représente dans la plupart des cas que quelques dizaines de grammes. C'est en particulier le cas des échantillons de poussières libres avec une masse brute collectée inférieure à 84 grammes pour 90 % des logements. Par contre, les échantillons de sacs d'aspirateurs permettent de collecter une masse de poussières bien plus importante en général de l'ordre de quelques centaines de grammes.

Tableau 12 : Masse brute de poussières collectées avant tamisage

		Masse initiale brute - (g)		
		Total	Poussières libres	Sacs d'aspirateur
Echantillon	n	528	322	206
	Min	0,3	0,3	4,1
	Max	2569	1472,9	2569
Parc national de résidences principales	N	25 887 437	16 313 636	9 573 801
	P25	9,9	6,44	46,8
	Médiane	22,4	14,3	172
	P75	125	30,4	313
	P90	313	84,3	490
	MA	116	32,0	260
	ET	249	59,2	359
	MG	31,4	14,1	123
	ETG	5,4	3,6	4,0

N : effectif de l'échantillon de logements ; N : effectif redressé à l'échelle du parc de résidences principales ; P25, P75, P90 : 25^{ème}, 75^{ème} et 90^{ème} centiles de distribution ; MA : moyenne arithmétique ; ET : écart-type ; MG : moyenne géométrique ; ETG : écart-type géométrique.

Ces écarts de masse entre les deux types d'échantillons se retrouvent également dans une moindre mesure à l'échelle de la masse de poussières tamisées et à celle de la masse stockée avant analyse. La masse de poussière tamisée des échantillons de poussières libres est inférieure 10 grammes pour plus de 90 % des logements concernés, alors qu'elle dépasse les 50 grammes pour plus de 90 % des logements ayant fourni un sac aspirateur. Le constat est le même en ce qui concerne la masse stockée avant analyse en ne conservant qu'une vingtaine de grammes de poussières.

Tableau 13 : Masse de poussières tamisées à 100 µm

		Masse de poussières tamisées à 100 µm - (g)		
		Total	Poussières libres	Sacs d'aspirateur
Echantillon	n	528	322	206
	Min	0	0	0,2
	Max	>100*	>100*	>100*
Parc national de résidences principales	N	25887437	16313636	9573801
	P25	0,9	0,6	2,7
	Médiane	3,2	1,5	9,1
	P75	9,1	4,6	30,5
	P90	30,5	9,2	52,9
	MA	9,7	4,2	19,3
	ET	17,9	8,4	24,6
	MG	-	-	8,3
	ETG	-	-	4,1

N : effectif de l'échantillon de logements ; N : effectif redressé à l'échelle du parc de résidences principales ; P25, P75, P90 : 25^{ème}, 75^{ème} et 90^{ème} centiles de distribution ; MA : moyenne arithmétique ; ET : écart-type ; MG : moyenne géométrique ; ETG : écart-type géométrique. *Pour les besoins des calculs, les valeurs > 100 ont été imputées à la valeur 100.

Tableau 14 : Masse de poussières stockées avant analyse

		Masse de poussières stockées avant analyse - (g)		
		Total	Poussières libres	Sacs d'aspirateur
Echantillon	n	528	322	206
	Min	0,01	0,01	0,15
	Max	22,1	21,6	22,1
Parc national de résidences principales	N	25887437	16313636	9573801
	P25	0,7	0,4	2,7
	Médiane	3,1	1,3	9,1
	P75	9,0	4,5	18,8
	P90	19,7	9,1	20,0
	MA	5,8	3,4	9,7
	ET	6,5	4,6	7,3
	MG	2,2	1,2	6,2
	ETG	5,6	5,7	3,1

N : effectif de l'échantillon de logements ; N : effectif redressé à l'échelle du parc de résidences principales ; P25, P75, P90 : 25^{ème}, 75^{ème} et 90^{ème} centiles de distribution ; MA : moyenne arithmétique ; ET : écart-type ; MG : moyenne géométrique ; ETG : écart-type géométrique.

La **Figure 8** illustre la différence entre les masses de poussières collectées brutes et tamisées entre les deux types d'échantillons.

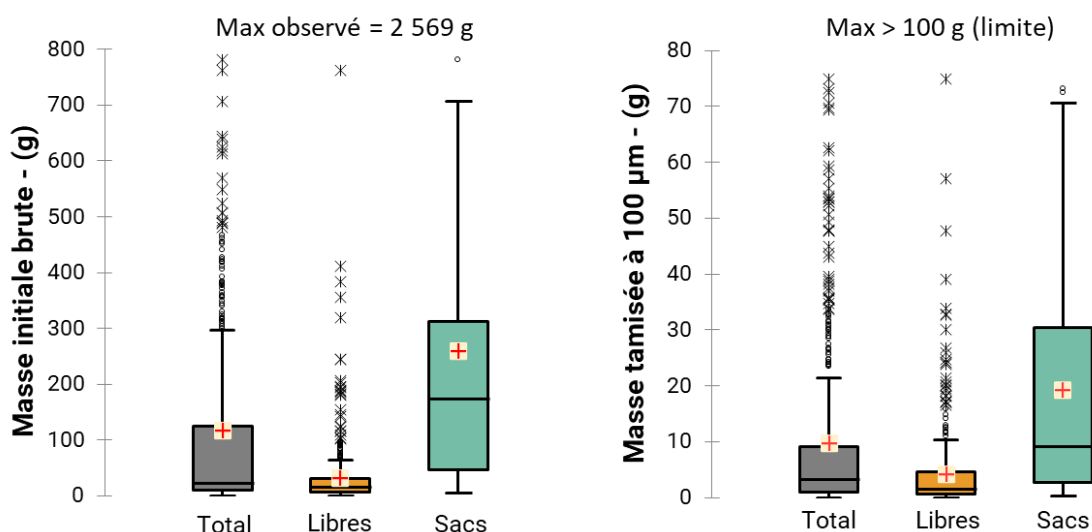


Figure 8 : Distribution comparée des masses de poussières collectées brutes et tamisées selon le type d'échantillon (poussières libres ou sacs d'aspirateur).

6.2.2. Caractéristiques des échantillons de poussières collectés

Les 528 échantillons de poussières collectées exploitables partagent les caractéristiques suivantes :

- Collecte lors de la première visite en J1 dans 359 cas (68 %). L'échantillon correspond à des poussières aspirées avant la semaine d'enquête ;
- Collecte lors de la seconde visite en J8 dans 169 cas (32 %). L'échantillon correspond à des poussières aspirées pendant la semaine d'enquête ;
- 322 échantillons de poussières libres (61 %). A noter que les enquêteurs ont déclaré pour 37 d'entre eux, que la poussière provenait d'un sac aspirateur. Cette incohérence peut souligner le fait que l'occupant ait cherché à récupérer le sac aspirateur par économie, l'enquêteur déversant alors la poussière du sac dans le sachet de collecte aluminisé ;
- 206 échantillons de sacs aspirateurs (39 %). Pour 6 d'entre eux, les enquêteurs avaient déclaré un échantillon de poussières provenant d'un aspirateur sans sac. La caractéristique de l'échantillon telle que décrite à réception par le laboratoire a été conservée ;
- 10 échantillons de poussières (1,9 %) ont été récupérés à partir d'aspirateurs non conventionnels :
 - 4 échantillons de poussières libres collectés à partir d'un système d'aspiration centralisée intégrée au logement ;

- 3 échantillons issus d'un aspirateur robot à vidage automatique ou sans sac (1 sac et 2 poussières libres) ;
- 2 échantillons provenant d'un aspirateur de type industriel avec filtre à eau (1 sac et 1 poussières libres) ;
- 1 échantillon provenant d'un aspirateur à main sans sac.
- La grande majorité des échantillons (511 soit 96,8 %) n'est pas associée à un traitement particulier de l'aspirateur (désodorisants, traitements anti-acariens, etc.). Pour les 17 autres échantillons, 4 ne disposent pas de données renseignées sur le traitement et les 13 autres (2,5 %) sont concernés par un type de traitement variable :
 - 9 échantillons proviennent d'un foyer ayant déclaré avoir utilisé des billes, granulés ou bâtonnets désodorisants directement dans le sac aspirateur ou au niveau de l'aspirateur sans sac ;
 - 2 échantillons sont associés à l'usage de parfums (huiles essentielles ou lavande séchée) ;
 - 2 échantillons proviennent de sacs prétraités, l'un deux mentionnant l'usage de charbon actif.
- La plupart des échantillons (411, soit 77,8 %) ne sont pas associées à l'aspiration de poussières liées à des déversements accidentels, de poussières atypiques (cendres de cheminée, de travaux, etc.), de poussières provenant d'espaces hors du volume habitable (cave, garage, voiture, etc.). Pour 13 échantillons (2,5 %), les foyers concernés n'ont pas su répondre à la question.
- L'aspiration d'au moins un type de poussières « non-domestiques » (poussières liées à des déversements accidentels, poussières atypiques (cendres de cheminée, de travaux, etc.), poussières provenant d'espaces hors du volume habitable (cave, garage, voiture, etc.)) concerne 104 échantillons. Pour 66 d'entre eux, un seul type de poussières non-domestiques est concerné. En revanche, 38 d'entre eux pourraient contenir deux, trois ou même quatre type de poussières non-domestiques à la fois. Le **Tableau 15** détaille le nombre d'échantillons selon les différentes combinaisons observées. Par exemple, 3 échantillons cumulent des cendres, des poussières d'un habitacle de voiture et des poussières liées à des déversements accidentels.
- Pour 521 échantillons (98,7 %), l'état du sachet de collecte à réception était correct. Pour 6 échantillons, le sachet de collecte a été réceptionné mal fermé et entrouvert et pour un autre échantillon, le sachet était percé ou déchiré. Ces 7 échantillons ont été considérés suspects du fait du risque de contamination de la poussière par l'extérieur. La perte éventuelle de poussières n'a par contre pas d'impact sur l'analyse du moment que la masse nécessaire soit suffisante. Ces 7 échantillons suspects représentent 1,3 % de l'effectif.
- Près de la moitié des échantillons (252, 47,7 %) ont été réceptionnés à température ambiante. Pour les 276 autres (52,3 %), la température à réception était jugée fraîche. A ce stade de nos connaissances et au vu des études précédentes, il a été jugé que ce critère ne portait pas préjudice à l'analyse des pesticides dans les poussières. Tous les échantillons réceptionnés sont considérés conformes au regard de ce critère.

- 52 échantillons (9,8 %) ont subi une opération de quartage (entre 1 à 6 opérations successives) avant tamisage ;
- 249 échantillons (47,2 %) contiennent des cheveux et/ou des poils ;
- 176 échantillons (33,3 %) contiennent des moutons de poussières ;
- 257 échantillons (48,7 %) contiennent d'autres éléments que poussière poudreuse, cheveux/poils ou moutons de poussières ;
- 65 échantillons (12,3 %) contiennent des éléments végétaux (feuilles, herbes, fleurs, graines ou épines de sapin/pin) ;
- 94 échantillons (17,8 %) contiennent des éléments minéraux (cailloux, gravillons, sable, plâtre) ;
- 65 échantillons (12,3 %) contiennent des éléments associés à la présence d'animaux (plumes, crottes, croquettes, poils d'animaux).

Tableau 15 : Nombre d'échantillons contenant différentes combinaisons de poussières non-domestiques

Type de poussières	Rien d'autre	Travaux	Déversements	Cave-garage	Travaux/Déversements
Cendres	11	-	-	-	-
Cendres/Voiture	3	4	-	-	1
Cendres/Travaux	1	-	3	-	-
Cendres/Déversements	9	-	-	1	-
Cendres/Cave-Garage	0	-	-	-	-
Voiture	12	-	-	-	-
Voiture/Travaux	0	-	1	-	-
Voiture/Déversements	3	-	-	-	-
Voiture/Cave-garage	2	-	-	-	1
Travaux	14	-	-	-	-
Travaux/Déversements	5	-	-	1	-
Travaux/Cave-garage	1	-	-	-	-
Déversements	25	-	-	-	-
Déversements/Cave-garage	1	-	-	-	-
Cave-Garage	4	-	-	-	-
Cumul cendres	33				
Cumul voiture	27				
Cumul travaux	32				
Cumul déversements	51				
Cumul cave/garage	11				
Total échantillons avec au moins un type de poussières non domestiques	104				

7. RESULTATS DES MESURES DE PESTICIDES DANS LES POUSSIÈRES DES LOGEMENTS EN FRANCE

7.1. Synthèse de la méthode de mesure

Technologie de prélèvement : collecte de poussières du logement aspirées par l'appareil domestique utilisé par le foyer (aspirateur avec ou sans sac), dans un sachet aluminisée. Après collecte, les poussières sont tamisées à 100 µm et pesées.

Durée de prélèvement : variable selon la fréquence de nettoyage du logement par aspirateur. Pour une collecte en J1, les poussières correspondent à la période avant l'enquête. Pour une collecte en J8, les poussières correspondent à la semaine d'enquête.

Lieu de mesure : tout ou partie du volume habitable du logement.

Laboratoire d'analyse : Laboratoire Leres, accrédité Cofrac en portée flexible de type FLEX3 en ce qui concerne notamment le tamisage, l'extraction à l'ASE et l'analyse par GC-MS/MS et TD-GC-MS/MS de composés organiques sur des poussières au sol prélevées par aspiration.

Méthode analytique : Trois filières analytiques sont mises en œuvre pour la mesure des pesticides semi-volatils (GC-MS/MS), des pesticides thermosensibles ou non-volatils (LC-MS/MS) et des pesticides polaires (HILIC-MS/MS). Pour chaque filière, une extraction des poussières est réalisée avec un mélange de solvant approprié, variable selon la filière, en utilisant une technique haute pression et haute température (ASE). Chaque pesticide cible est identifié et quantifié par étalonnage interne.

Mesurande : concentration dans les poussières tamisées à 100 µm et exprimée en ng/g.

Regroupement : Les pesticides mesurés sont présentés ci-après selon les 4 familles d'effets (fongicides, herbicides, insecticides et autres). Les pesticides classés en autres usages correspondent à des acaricides, des inhibiteurs/retardateurs de croissance végétale, des répulsifs contre les insectes, des pesticides synergiques, des imitateurs d'hormones d'insectes juvéniles, et des auxines synthétiques.

7.2. Fongicides

Parmi les 92 pesticides recherchés dans les poussières, 23 sont des fongicides. Le **Tableau 16** montre les fréquences de détection et de quantification observées pour ces substances. Sept substances affichent des fréquences de détection supérieures à 50 %, dont cinq détectées dans plus de 90 % des logements (boscalid, dicloran, difénoconazole, propiconazole et tébuconazole). Parmi les fongicides ciblés, seul le fénarimol n'est jamais détecté dans les poussières.

Tableau 16. Limites et fréquences de détection et de quantification pour les 23 fongicides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales)

Fongicides	N° CAS	N	LD (ng/g)	LQ (ng/g)	FD	FQ
Boscalid	188425-85-6	23 674 617	1	2,5	96,9%	92,8%
Chlorothalonil	1897-45-6	22 400 730	10	25	13,8%	2,5%

Fongicides	N° CAS	N	LD (ng/g)	LQ (ng/g)	FD	FQ
Cymoxanil	57966-95-7	23 677 216	1	2,5	18,8%	9,7%
Cyprodinil	121552-61-2	23 677 216	1	2,5	53,3%	23,0%
Dicloran	99-30-9	22 311 415	5	12,5	99,2%	98,2%
Difénoconazole	119446-68-3	23 665 390	0,2	0,5	99,7%	94,6%
Epoxiconazole	133855-98-8	22 442 852	2	5	3,4%	1,8%
Fénarimol	60168-88-9	22 442 852	5	12,5	0%	0%
Fenpropidine	67306-00-7	23 564 875	2,5	6,3	8,5%	2,8%
Fluaziname	79622-59-6	23 544 617	5	12,5	0,9%	0,03%
Fluopyram	658066-35-4	23 330 326	2,5	6,3	42,4%	18,4%
Folpel	133-07-3	22 442 852	50	125	5,4%	2,3%
Fosétyl-Aluminium	39148-24-8	24 004 914	25	63	28,6%	18,2%
Myclobutanil	88671-89-0	23 624 097	0,5	1,25	43,6%	23,2%
Prochloraze	67747-09-5	23 611 627	0,5	1,25	48,6%	32,6%
Propiconazole	60207-90-1	22 442 852	5	12,5	98,1%	92,3%
Pyriméthanil	53112-28-0	23 677 216	1	2,5	70,3%	45,6%
Spiroxamine	118134-30-8	22 708 820	2	5	15,6%	7,5%
Tébuconazole	107534-96-3	22 442 852	2	5	98,1%	92,3%
Tolylfluanide	731-27-1	22 429 802	5	12,5	25,5%	13,5%
Triadiménol	55219-65-3	23 594 895	5	12,5	0,9%	0,5%
Trifloxystrobine	141517-21-7	23 625 778	13	31	5,2%	1,0%
Triticonazole	131983-72-7	22 966 744	0,25	0,63	26,6%	10,4%

FD : fréquence de détection (%) ; FQ : Fréquence de quantification (%). **En gras**, FD ou FQ > 50 %. **En gris** : substance jamais détectée. Les noms de **substances en gras** indiquent une substance détectée dans au moins 50 % des logements.

Le **Tableau 17** fournit les paramètres de distribution de la concentration dans l'air de ces 23 fongicides à l'échelle du parc de résidences principales. Les minimum et maximum observés dans l'échantillon de logements sont également indiqués. Les 5 pesticides les plus fréquemment détectés dans les poussières, présentent également une valeur quantifiée pour plus de 50 % des logements (P50 > LQ), allant de 3 ng/g (difénoconazole) à 66 ng/g (dicloran). Les valeurs les plus élevées observées peuvent dépasser 1 000 ng/g. C'est notamment le cas pour le cymoxanil, le cyprodinil, le folpel, le fosétyl-aluminium, le propiconazole et le tébuconazole.

Tableau 17. Distribution des concentrations des 23 fongicides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales).

Fongicides	Echantillon			Parc de résidences principales							
	n	Min	Max	N	P25	P50	P75	P90	P95	MG	ETG
Boscalid	494	<LD	305	23 674 617	4,4	9,7	20,9	35,6	55,6	9,3	3,0
Chlorothalonil	487	<LD	656	22 400 730	<LD	<LD	<LD	<LQ	<LQ	<LD	1,7
Cymoxanil	495	<LD	2 054	23 677 216	<LD	<LD	<LD	<LQ	4,3	<LD	2,3

Fongicides	Echantillon			Parc de résidences principales							
	n	Min	Max	N	P25	P50	P75	P90	P95	MG	ETG
Cyprodinil	495	<LD	1 006	23 677 216	<LD	<LQ	<LQ	5,9	11	<LQ	-
Dicloran	485	<LD	625	22 311 415	34,4	66,3	142	239	295	69,5	2,5
Difénoconazole	494	<LD	212	23 665 390	1,4	3,0	6,9	12,9	18,4	3,1	3,1
Epoxiconazole	489	<LD	13,6	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Fénarimol	489	<LD	<LD	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Fenpropidine	489	<LD	63	23 564 875	<LD	<LD	<LD	<LD	<LQ	<LD	-
Fluaziname	485	<LD	23	23 544 617	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Fluopyram	490	<LD	277	23 330 326	<LD	<LD	<LQ	12	19,3	<LQ	-
Folpel	489	<LD	7 823	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LQ	<LD	-
Fosétyl-Aluminium	504	<LD	2 410	24 004 914	<LD	<LD	<LQ	181	311	<LD	-
Myclobutanil	493	<LD	79	23 624 097	<LD	<LD	<LQ	3,7	7,7	<LQ	-
Prochloraze	494	<LD	148	23 611 627	<LD	<LD	1,94	4,5	8,72	<LQ	-
Propiconazole	489	<LD	17 060	22 442 852	22,3	50,2	150	340	694	61,5	4,0
Pyriméthanol	495	<LD	208	23 677 216	<LD	<LQ	7,1	17,4	30,7	2,6	4,2
Spiroxamine	471	<LD	232	22 708 820	<LD	<LD	<LD	<LQ	8,8	<LD	-
Tébuconazole	489	<LD	5 635	22 442 852	10,1	20,5	47,6	112	238	23,2	3,5
Tolylfluanide	488	<LD	1 761	22 429 802	<LD	<LD	<LQ	25	91	<LD	-
Triadiménol	494	<LD	560	23 594 895	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Trifloxystrobine	492	<LD	111	23 625 778	<LD	<LD	<LD	<LD	<LQ	<LD	-
Triticonazole	484	<LD	162	22 966 744	<LD	<LD	<LQ	0,65	1,46	<LD	-

P : centile ; MG : moyenne géométrique ; ETG : écart-type géométrique ; <LD : concentration inférieure à la LD ; <LQ : concentration inférieure à la LQ. **En gras** : valeurs > LD. Les noms de **substance en gras** indiquent les substances avec un 90^{ème} centile quantifié. **En grisé** : substance jamais détectée.

La **Figure 9** représente la fréquence de détection et de quantification des 22 fongicides détectés dans les poussières (à gauche) et l'étendue (P25-P50-P95) de leur concentration dans les poussières au regard des LD et LQ (à droite). Quinze substances présentent une concentration supérieure ou égale à leur LQ pour au moins 5 % des logements (P95 > LQ).

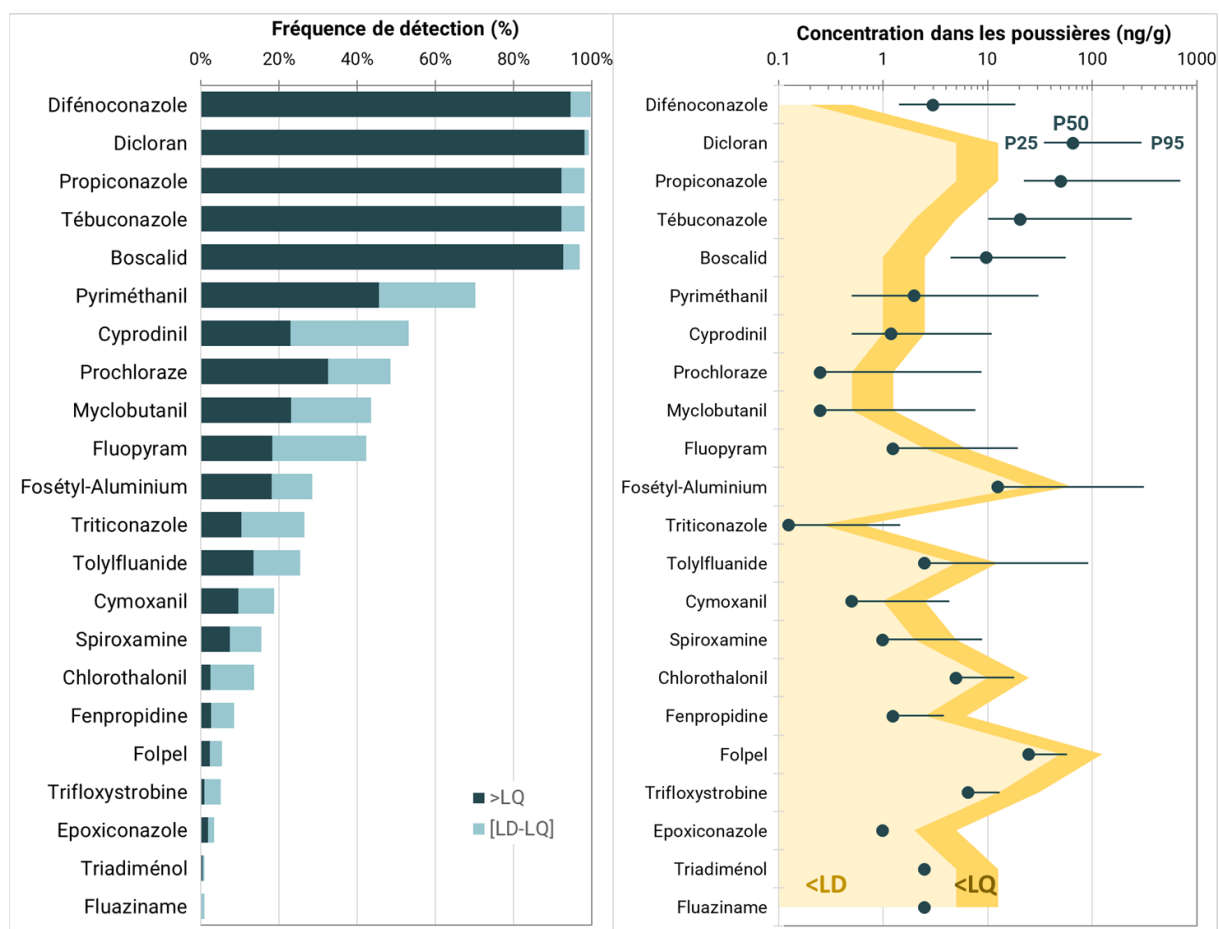


Figure 9. Fréquence de détection et de quantification des 22 fongicides détectés dans les poussières (gauche) et étendue (P25-P50-P95) de leur concentration dans les poussières au regard des LD et LQ (droite).

7.3. Herbicides

Parmi les 92 pesticides recherchés dans les poussières, 27 sont des herbicides. La butraline et la flumétraline (inhibiteurs de croissance végétale) ainsi que le dichlorprop-P (auxine synthétique) ont été classés parmi les substances à effet herbicide. Le **Tableau 18** présente les limites et fréquence de détection et de quantification de ces 27 herbicides. Six substances sont détectées dans plus de 50 % des logements, en particulier le glyphosate (94 %) et la terbutryne (97 %). Le S-métolachlore, le prosulfocarbe et le dichlorprop-P sont également détectés au niveau de la poussière dans plus de 50 % des logements. Parmi les herbicides recherchés, la flumétraline et le triallate ne sont jamais détectés dans les poussières.

Tableau 18. Limites et fréquences de détection et de quantification pour les 26 herbicides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales).

Herbicides	N° CAS	N	LD (ng/g)	LQ (ng/g)	FD	FQ
2,4-D	94-75-7	23 677 216	10	25	63,2%	21,1%
2,4-MCPA	94-74-6	23 629 800	25	63	20,3%	3,8%
Acétochlore	34256-82-1	23 289 160	25	63	0,2%	0,2%
Bromoxynil octanoate	1689-99-2	22 442 852	125	250	1,6%	0,3%
Butraline	33629-47-9	22 442 852	5	12,5	0,1%	0,1%
Carbétamide	16118-49-3	23 677 216	0,2	0,5	47,1%	18,4%
Chlorprophame	101-21-3	23 609 694	25	63	16,3%	6,8%
Dichlobénil	1194-65-6	22 442 852	5	12,5	0,2%	0,05%
Dichlorprop-P	15165-67-0	23 677 216	1	2,5	53,3%	29,9%
Diflufénicanil	83164-33-4	22 442 852	5	12,5	47,5%	22,2%
Diméthénamide-P	163515-14-8	23 628 005	0,5	1,25	26,1%	5,7%
Flumétraline	62924-70-3	22 442 852	5	12,5	0%	0%
Fluroxypyr	81406-37-3	23 659 984	5	12,5	13,3%	2,4%
Glufosinate d'ammonium	77182-82-2	23 920 074	25	63	0,4%	0,1%
Glyphosate	1071-83-6	23 891 394	25	63	93,6%	86,0%
Lénacile	96639	22 442 852	2	5	8,2%	4,0%
Métazachlore	67129-08-2	23 330 977	0,5	1,25	28,2%	10,6%
Métolachlore (S-)	87392-12-9	23 677 216	0,5	1,25	76,5%	41,0%
Métribuzine	21087-64-9	22 758 829	2,5	6,3	1,2%	0,4%
Oxadiazon	19666-30-9	22 442 852	2	5	29,5%	11,2%
Pendiméthaline	40487-42-1	22 442 852	5	12,5	43,9%	14,0%
Propyzamide	23950-58-5	23 677 216	1	2,5	35,6%	8,6%
Prosulfocarbe	52888-80-9	22 442 852	2	5	59,4%	39,2%
Tébutiuron	34014-18-1	23 632 861	0,2	0,5	1,7%	0,7%
Terbutryne	886-50-0	23 144 802	0,2	0,5	97,1%	89,4%
Triallate	2303-17-5	23 478 752	125	313	0%	0%
Triclopyr	55335-06-3	23 577 688	250	625	0,5%	0,2%

FD : fréquence de détection (%) ; FQ : Fréquence de quantification (%). **En gras**, FD ou FQ > 50 %. **En gris** : substance jamais détectée. Les noms de **substances en gras** indiquent une substance détectée dans au moins 50 % des logements.

Le **Tableau 19** montre les paramètres de distribution de la concentration dans les poussières des 25 herbicides détectés. Seuls deux substances présentent une concentration quantifiée dans plus de 50 % des logements (P50 > LQ) : le glyphosate (médiane de 224 ng/g) et la terbutryne (médiane de 3,1 ng/g). Plus de 10 % des logements dépassent 4 700 ng/g, avec 0,7 % d'entre eux (représentés par 4 logements dans l'échantillon) dépassant 100 000 ng/g.

Tableau 19. Distribution des concentrations des 26 herbicides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales).

Herbicides	Echantillon			Parc de résidences principales							
	n	Min	Max	N	P25	P50	P75	P90	P95	MG	ETG
2,4-D	495	<LD	5 906	23 677 216	<LD	<LQ	<LQ	41	84	<LQ	-
2,4-MCPA	493	<LD	11 876	23 629 800	<LD	<LD	<LD	<LQ	<LQ	<LD	-
Acétochlore	484	<LD	1 909	23 289 160	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Bromoxynil octanoate	489	<LD	932	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Butraline	489	<LD	20	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Carbétamide	495	<LD	11	23 677 216	<LD	<LD	<LQ	1,0	1,64	<LQ	-
Chlorprophame	493	<LD	1 403	23 609 694	<LD	<LD	<LD	<LQ	179	<LD	-
Dichlobénil	489	<LD	25	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Dichlorprop-P	495	<LD	22 735	23 677 216	<LD	<LQ	3,0	7,9	13,7	<LQ	-
Diflufénicanil	489	<LD	911	22 442 852	<LD	<LD	<LQ	26,6	48,4	<LQ	-
Diméthénamide-P	494	<LD	26	23 628 005	<LD	<LD	<LQ	<LQ	1,53	<LD	-
Fluroxypyr	494	<LD	144	23 659 984	<LD	<LD	<LD	<LQ	<LQ	<LD	-
Glufosinate d'ammonium	503	<LD	106	23 920 074	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Glyphosate	502	<LD	222 200	23 891 394	78	224	741	4 760	7 125	294	6,3
Lénacile	489	<LD	39	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LQ	<LD	-
Métazachlore	493	<LD	43	23 330 977	<LD	<LD	<LQ	1,3	3,0	<LD	-
Métolachlore (S-)	495	<LD	84	23 677 216	<LQ	<LQ	1,7	4,4	8,8	<LQ	-
Métribuzine	488	<LD	12	22 758 829	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Oxadiazon	489	<LD	1 235	22 442 852	<LD	<LD	<LQ	6,2	29,9	<LD	-
Pendiméthaline	489	<LD	87	22 442 852	<LD	<LD	<LQ	16,5	22	<LD	-
Propyzamide	495	<LD	61	23 677 216	<LD	<LD	<LQ	<LQ	3,2	<LD	-
Prosulfocarbe	489	<LD	190	22 442 852	<LD	<LQ	10	27	45,6	<LQ	-
Tébutiuron	494	<LD	1,1	23 632 861	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Terbutryne	481	<LD	903	23 144 802	0,9	3,1	15,9	45,1	148	3,9	6,6
Triallate	483	<LD	<LD	23 478 752	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Triclopyr	491	<LD	909	23 577 688	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-

P : centile ; MG : moyenne géométrique ; ETG : écart-type géométrique ; <LD : concentration inférieure à la LD ; <LQ : concentration inférieure à la LQ. **En gras** : valeurs > LD. Les noms de **substance en gras** indiquent les substances avec un 90^{ème} centile quantifié. **En grisé** : substance jamais détectée.

La **Figure 10** montre la fréquence de détection et de quantification des herbicides détectés au moins une fois dans les poussières des logements sur la partie gauche. La partie droite de la figure affiche l'étendue de leur concentration dans les poussières (P25-P50-P95) au regard des LD et LQ. Quatorze herbicides présentent une concentration supérieure ou égale à leur LQ pour au moins 5 % des logements (terbutryne, glyphosate, S-métolachlore, 2,4-D, prosulfocarbe, dichlorprop-P, diflufénicanil, carbétamide, pendiméthaline, propyzamide, oxadiazon, métazachlore, diméthénamide-P et chlorprophame).

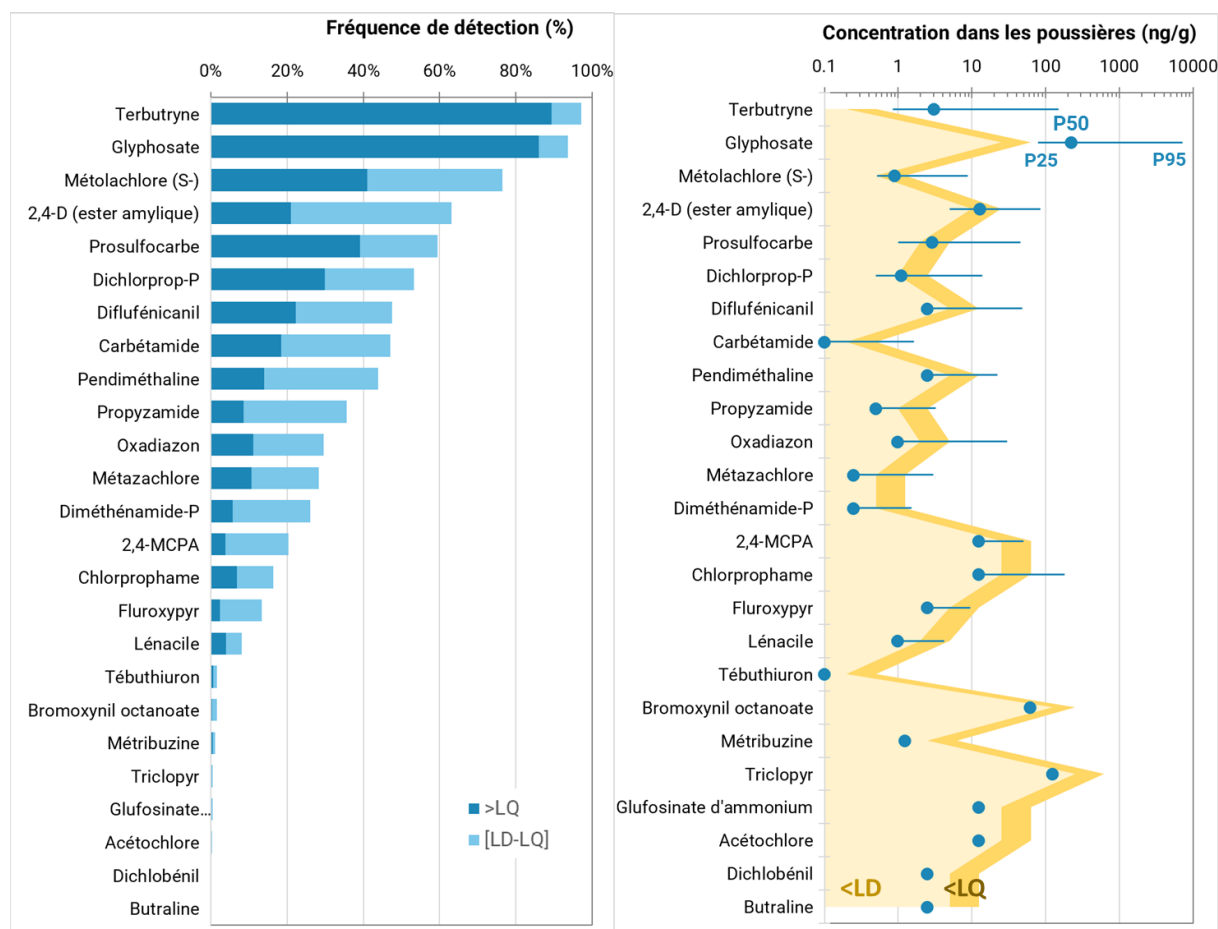


Figure 10. Fréquence de détection et de quantification des 25 herbicides détectés dans les poussières (gauche) et étendue de leur concentration (P25-P50-P95) dans les poussières au regard des LD et LQ (droite).

7.4. Insecticides

Sur les 92 pesticides recherchés dans les poussières des logements, 33 sont des insecticides. Le méthoprène, régulateur de croissance d'insectes, a été classé parmi les substances à effet insecticide. Le **Tableau 20** donne les limites et fréquence de détection et de quantification de ces 33 insecticides. Quatre insecticides sont détectés au niveau des poussières dans plus de 90 % des logements : l'acétamipride, la cyperméthrine, l'imidaclopride et la perméthrine. Trois autres insecticides sont présents dans plus de 50 % des logements : le fipronil, le lindane et la transfluthrine. Seul le dichlorvos n'est jamais détecté parmi les 33 insecticides recherchés.

Tableau 20. Limites et fréquences de détection et de quantification pour les 33 insecticides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales)

Insecticides	N° CAS	N	LD (ng/g)	LQ (ng/g)	FD	FQ
Acétamipride	160430-64-8	23 677 216	0,2	0,5	97,6%	73,1%
Aldrine	309-00-2	22 442 852	2	5	7,6%	3,9%
Bifenthrine	82657-04-3	22 442 852	5	12,5	24,6%	12,3%
Carbaryl	63-25-2	23 677 216	2,5	6,3	16,8%	11,9%
Chlorpyrifos-éthyl	2921-88-2	22 442 852	5	12,5	25,8%	10,7%
Chlorpyrifos-méthyl	5598-13-0	22 442 852	2	5	0,7%	0,1%
cis-Chlordane	5103-71-9	22 442 852	2	5	3,3%	1,4%
trans-Chlordane	5103-74-2	22 442 852	2	5	6,3%	2,4%
Cyfluthrine	68359-37-5	22 442 852	5	12,5	26,3%	19,6%
Cyperméthrine	52315-07-8	22 442 852	10	25	90,9%	88,7%
lambda-Cyhalothrine	91465-08-6	22 442 852	5	12,5	26,7%	11,9%
Deltaméthrine	52918-63-5	22 442 852	10	25	18,2%	10,5%
Diazinon	333-41-5	22 442 852	2	5	17,9%	11,7%
Dichlorvos	62-73-7	22 437 642	2	5	0%	0%
Dieldrine	60-57-1	22 442 852	5	12,5	42,2%	20,1%
Diéthion	563-12-2	22 442 852	2	5	1,2%	1,1%
Diméthoate	60-51-5	22 442 852	5	12,5	0,1%	0%
Endrine	72-20-8	22 442 852	20	50	0,4%	0,1%
Etofenprox	80844-07-1	22 442 852	5	12,5	3,4%	2,2%
Fipronil	120068-37-3	22 093 219	5	13	78,3%	60,8%
Heptachlore	76-44-8	22 442 852	2	5	0,9%	0,2%
Imidaclopride	138261-41-3	23 642 268	0,5	1,25	100%	91,6%
Imiprothrine	72963-72-5	22 442 852	20	50	7,5%	5,9%
Lindane	58-89-9	22 254 158	5	12,5	79,6%	56,3%
Malathion	121-75-5	22 442 852	2	5	2,5%	0,6%
Méthoprène	40596-69-8	22 442 852	25	63	16,8%	11,3%
Perchlorodécone (Mirex)	2385-85-5	22 442 852	2	5	0,06%	0%
Perméthrine	52645-53-1	22 442 852	50	125	98,6%	96,5%
Phénothrine	188023-86-1	22 442 852	50	125	12,4%	8,4%
Pyrimicarbe	23103-98-2	23 677 216	0,2	0,5	27,9%	13,2%
Tétraméthrine	7696-12-0	22 442 852	5	12,5	37,1%	29,8%
Thiaclopride	111988-49-9	23 677 216	1	2,5	17,0%	5,4%
Transfluthrine	118712-89-3	22 442 852	2	5	73,6%	52,2%

FD : fréquence de détection (%) ; FQ : Fréquence de quantification (%). **En gras**, FD ou FQ > 50 %. **En gris** : substance jamais détectée. Les noms de **substances en gras** indiquent une substance détectée dans au moins 50 % des logements.

Le **Tableau 21** indique les paramètres de distribution de la concentration dans les poussières des 33 insecticides mesurés. Sept substances affichent une concentration quantifiée dans au moins 50 % des logements : acétamipride, cyperméthrine, fipronil, imidaclopride, lindane, perméthrine et transfluthrine. Les concentrations médianes les plus élevées sont associées à la perméthrine (1 078 ng/g) et à la cyperméthrine (150 ng/g). Les concentrations maximales mesurées atteignent plus de 100 000 ng/g pour la cyperméthrine, le fipronil, l'imidaclopride, et surtout la perméthrine qui voit des niveaux dépasser 2 000 000 ng/g (2 mg/g).

Tableau 21. Distribution des concentrations des 33 insecticides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales)

Insecticides	Echantillon			Parc de résidences principales							
	n	Min	Max	N	P25	P50	P75	P90	P95	MG	ETG
Acétamipride	495	0,1	10 241	23 677 216	<LQ	1,0	2,7	8,9	27,1	1,5	5,4
Aldrine	489	1	50	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LQ	<LD	-
Bifenthrine	489	2,5	3 098	22 442 852	<LD	<LD	<LD	14,6	49,3	<LD	-0
Carbaryl	495	1,25	2 732	23 677 216	<LD	<LD	<LD	10,4	34,4	<LD	-
Chlorpyrifos-éthyl	489	2,5	467	22 442 852	<LD	<LD	<LQ	13,1	26	<LD	-
Chlorpyrifos-méthyl	489	1	6,6	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
cis-Chlordane	489	1	31	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
trans-Chlordane	489	1	70	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LQ	<LD	-
Cyfluthrine	489	2,5	559	22 442 852	<LD	<LD	<LQ	21,5	47,3	<LD	-
lambda-Cyhalothrine	489	2,5	8 932	22 442 852	<LD	<LD	<LQ	21,6	59,9	<LD	-
Cyperméthrine	489	5	119 435	22 442 852	63	150	497	2 616	6 412	186	7,4
Deltaméthrine	489	5	2 582	22 442 852	<LD	<LD	<LD	28	127	<LD	-
Diazinon	489	1	327	22 442 852	<LD	<LD	<LD	9,5	19,3	<LD	-
Dichlorvos	488	1	1,0	22 437 642	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Dieldrine	489	2,5	1 562	22 442 852	<LD	<LD	<LQ	25,9	58,6	<LQ	3,0
Diéthion	489	1	188	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Diméthoate	489	2,5	8,8	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Endrine	489	10	111	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Etofenprox	489	2,5	2 778	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Fipronil	487	2,5	239 019	22 093 219	<LQ	28	156	1 461	7 071	41,3	11,5
Heptachlore	489	1	14	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Imidaclopride	494	0,25	256 160	23 642 268	7,5	16,8	146	976	9 944	32,3	14,1
Imiprothrine	489	10	16 154	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	75	<LD	-
Lindane	487	2,5	1 613	22 254 158	<LQ	16,5	39,1	94,8	210	16,2	4,0
Malathion	489	1	13	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Méthoprène	489	12,5	41 302	22 442 852	<LD	<LD	<LD	87	157	<LD	-
Perchlordécone (Mirex)	489	1	3,3	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Perméthrine	489	25	2 094 665	22 442 852	401	1 078	6 314	18 472	23 043	1 540	5,4
Phénothrine	489	25	7 663	22 442 852	<LD	<LD	<LD	<LQ	210	<LD	-
Pyrimicarbe	495	0,1	34	23 677 216	<LD	<LD	<LQ	0,7	1,0	<LD	-

Insecticides	Echantillon			Parc de résidences principales							
	n	Min	Max	N	P25	P50	P75	P90	P95	MG	ETG
Tétraméthrine	489	2,5	27 710	22 442 852	<LD	<LD	19,1	147	760	<LQ	-
Thiaclopride	495	0,5	116	23 677 216	<LD	<LD	<LD	<LQ	2,7	<LD	-
Transfluthrine	489	1	4 477	22 442 852	<LD	5,2	20,5	53,5	213	6,83	5,6

P : centile ; MG : moyenne géométrique ; ETG : écart-type géométrique ; <LD : concentration inférieure à la LD ; <LQ : concentration inférieure à la LQ. **En gras** : valeurs > LD. Les noms de **substance en gras** indiquent les substances avec un 90^{ème} centile quantifié. **En grisé** : substance jamais détectée.

Sur la partie gauche de la **Figure 11**, la fréquence de détection et de quantification des insecticides détectés au moins une fois dans les poussières des logements est représentée. La partie droite de la figure montre l'étendue de leur concentration dans l'air (P25-P50-P95) au regard des LD et LQ. La majorité des insecticides recherchés (21 sur 33) sont quantifiés dans au moins 5 % des logements. Neuf insecticides ne sont que très rarement détectés (dans moins de 5 % des logements) : étofenprox, cis-chlordane, malathion, diéthion, heptachlore, chlorpyrifos-méthyl, endrine, perchlordécone et diméthoate.

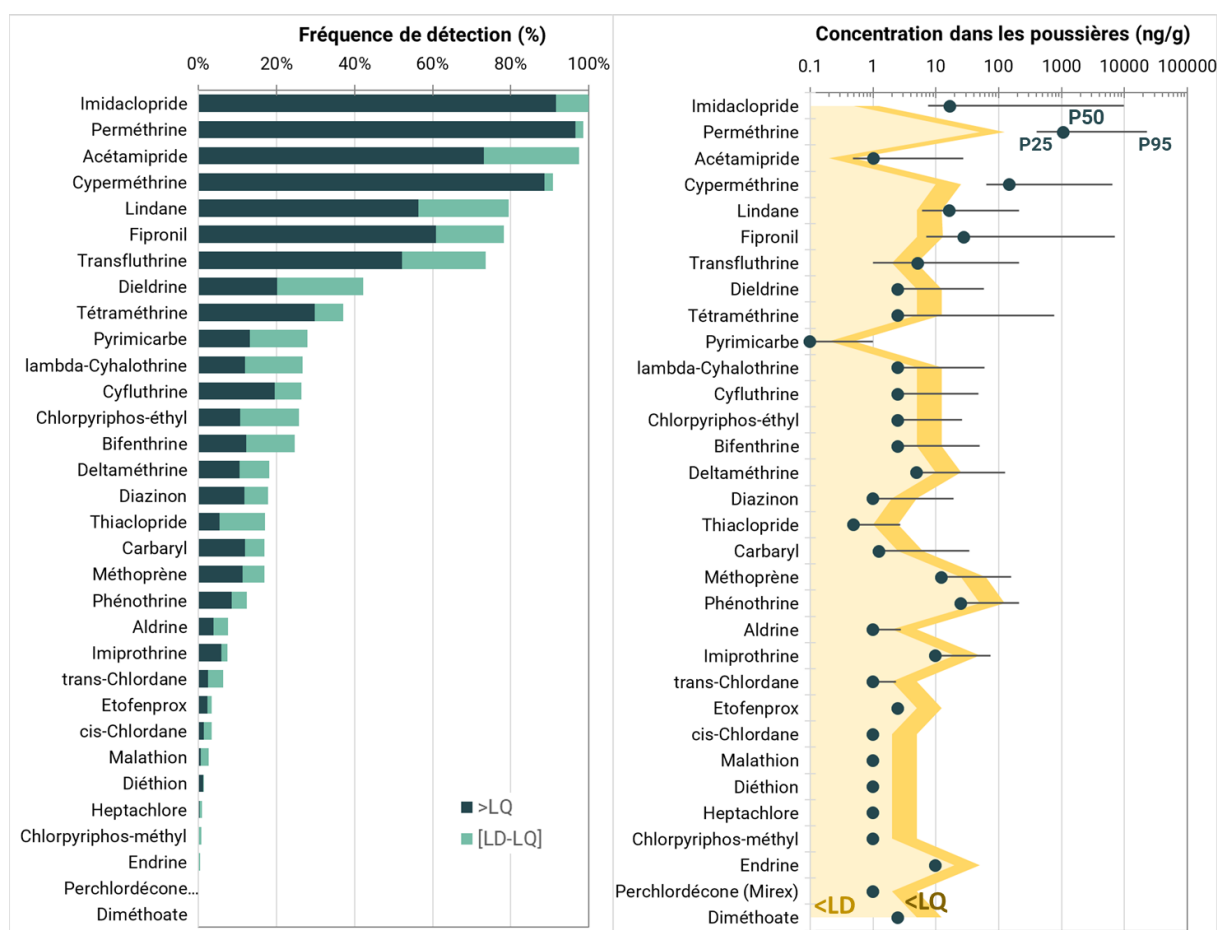


Figure 11. Fréquence de détection et de quantification des 32 insecticides détectés dans les poussières (gauche) et étendue de leur concentration (P25-P50-P95) dans les poussières au regard des LD et LQ (droite).

7.5. Autres pesticides

Neuf autres pesticides ont été recherchés dans les poussières des logements enquêtés :

- Trois insectifuges (citriodiol, DEET et icaridine) ;
- Deux rodenticides (brodifacoum et difénacoum)
- Un acaricide (dicofol) ;
- Un molluscicide (métaldéhyde) ;
- Un imitateur d'hormones d'insectes juvéniles (pyriproxifène) ;
- Un pesticide synergique (pipéronyl butoxide) ;

Sur ces 9 pesticides, 4 d'entre eux sont détectés dans plus de 50 % des logements, en particulier l'icaridine (près de 100 %), le DEET (96 %), le pyriproxifène (83 %) et le le butoxide de pipéronyle (73 %) (cf. **Tableau 22**).

Tableau 22. Limites et fréquences de détection et de quantification pour les 9 autres pesticides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales)

Autres pesticides	N° CAS	N	LD (ng/g)	LQ (ng/g)	FD	FQ
Brodifacoum	56073-10-0	21 050 117	50	125	0%	0%
Butoxyde de pipéronyle (PBO)	51-03-6	22 442 852	50	125	72,6%	48,7%
Citriodiol	42822-86-6	23 609 694	125	313	26,8%	13,7%
DEET	134-62-3	22 672 585	5	12,5	96,1%	77,1%
Dicofol	115-32-2	22 104 832	10	25	11,0%	4,9%
Difénacoum	53073-07-5	23 082 230	5	12,5	2,7%	0,0%
Icaridine	119515-38-7	23 677 216	0,5	1,25	99,6%	99,5%
Métaldéhyde	108-62-3	22 344 047	50	125	0,8%	0,1%
Pyriproxifène	95737-68-1	23 117 073	1	2,5	83,1%	58,8%

FD : fréquence de détection (%) ; FQ : Fréquence de quantification (%). **En gras**, FD ou FQ > 50 %. **En gris** : substance jamais détectée. Les noms de **substances en gras** indiquent une substance détectée dans au moins 50 % des logements.

Le **Tableau 23** présente les paramètres de distribution de la concentration des 9 autres pesticides mesurés dans les poussières des logements. Trois pesticides sont quantifiés dans au moins 50 % des logements, avec une concentration médiane de 3,2 pour le pyriproxifène, de 26,5 pour l'icaridine et de 36 ng/g pour le DEET. Ce dernier présente les niveaux de concentration les plus élevées dépassant 300 000 ng/g, avec le PBO (plus de 260 000 ng/g).

Tableau 23. Distribution de la concentration des 9 autres pesticides mesurés dans les poussières du logement (champ : parc de résidences principales)

Autres pesticides	Echantillon			Parc de résidences principales								
	n	Min	Max	N	P25	P50	P75	P90	P95	P99	MG	ETG
Brodifacoum	445	25	25	21 050 117	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	1
Butoxyde de pipéronyle (PBO)	489	25	262 315	22 442 852	<LD	<LQ	527	1 883	3 619	24 196	163	5,8
Citriodiol	493	62,5	15 768	23 609 694	<LD	<LD	<LQ	450	683	3 030	<LD	2,5
DEET	487	2,5	313 461	22 672 585	14,1	36,1	112	419	988	4 080	46,4	5,4
Dicofol	479	5	813	22 104 832	<LD	<LD	<LD	<LQ	<LQ	100	<LD	1,8
Difénacoum	482	2,5	19,9	23 082 230	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LQ	<LD	1,3
Icaridine	495	0,25	70 478	23 677 216	8,4	26,5	104	729	2 924	23 846	37,4	8,6
Métaldehyde	488	25	347	22 344 047	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	1,1
Pyriproxyfène	488	0,5	4 322	23 117 073	<LQ	3,2	11,9	95,2	1 094	1 786	5,3	7,8

P : centile ; MG : moyenne géométrique ; ETG : écart-type géométrique ; <LD : concentration inférieure à la LD ; <LQ : concentration inférieure à la LQ. **En gras** : valeurs > LD. Les noms de **substance en gras** indiquent les substances avec un 90^{ème} centile quantifié. **En grisé** : substance jamais détectée.

La **Figure 12** montre dans sa partie gauche la fréquence de détection et de quantification des 8 autres pesticides détectés au moins une fois dans les poussières des logements. La partie droite de la figure montre l'étendue de leur concentration dans les poussières (P25-P50-P95) au regard des LD et LQ. Seules 5 substances présentent une concentration supérieure ou égale à leur LQ pour au moins 5 % des logements (DEET, icaridine, PBO, pyriproxyfène et citriodiol).

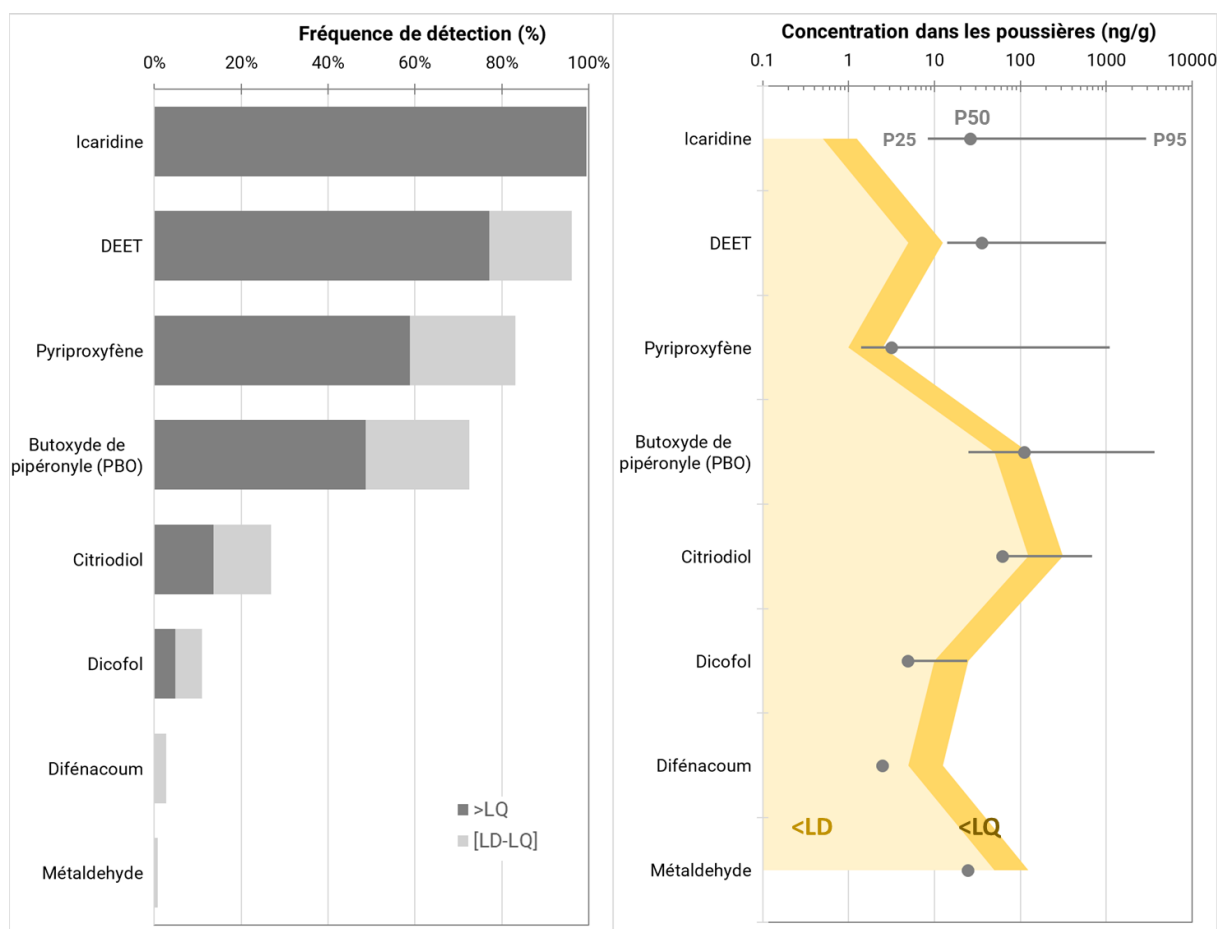


Figure 12. Fréquence de détection et de quantification des 8 autres pesticides détectés dans les poussières (gauche) et étendue de leur concentration dans les poussières au regard des LD et LQ (droite).

7.6. Synthèse des résultats de mesure des pesticides dans les poussières

Sur les 92 pesticides recherchés dans l'air des logements durant la semaine d'enquête, **5 substances ne sont jamais détectées**, parmi lesquels :

- un fongicide (fénarimol) ;
- deux herbicides (flumétraline et triallate) ;
- un insecticide (dichlorvos) ;
- un rodenticide (brodifacoum).

Les **Figure 14** et **Figure 14** reprennent les fréquences de détection et de quantification des 87 pesticides détectés au moins une fois dans l'air des logements.

- 46 pesticides sont détectés dans plus de 20 % des logements (**Figure 14**).
- 13 pesticides sont détectés dans plus de 90 % des logements : imidaclopride, difénoconazole, icaridine, dicloran, perméthrine, propiconazole, tébuconazole, acétamipride, terbutryne, boscalid, DEET, glyphosate et cyperméthrine.

- Le lindane est détecté dans près de 80 % des logements au niveau des poussières.
- 41 pesticides sont détectés dans moins de 20 % des logements (**Figure 14**).

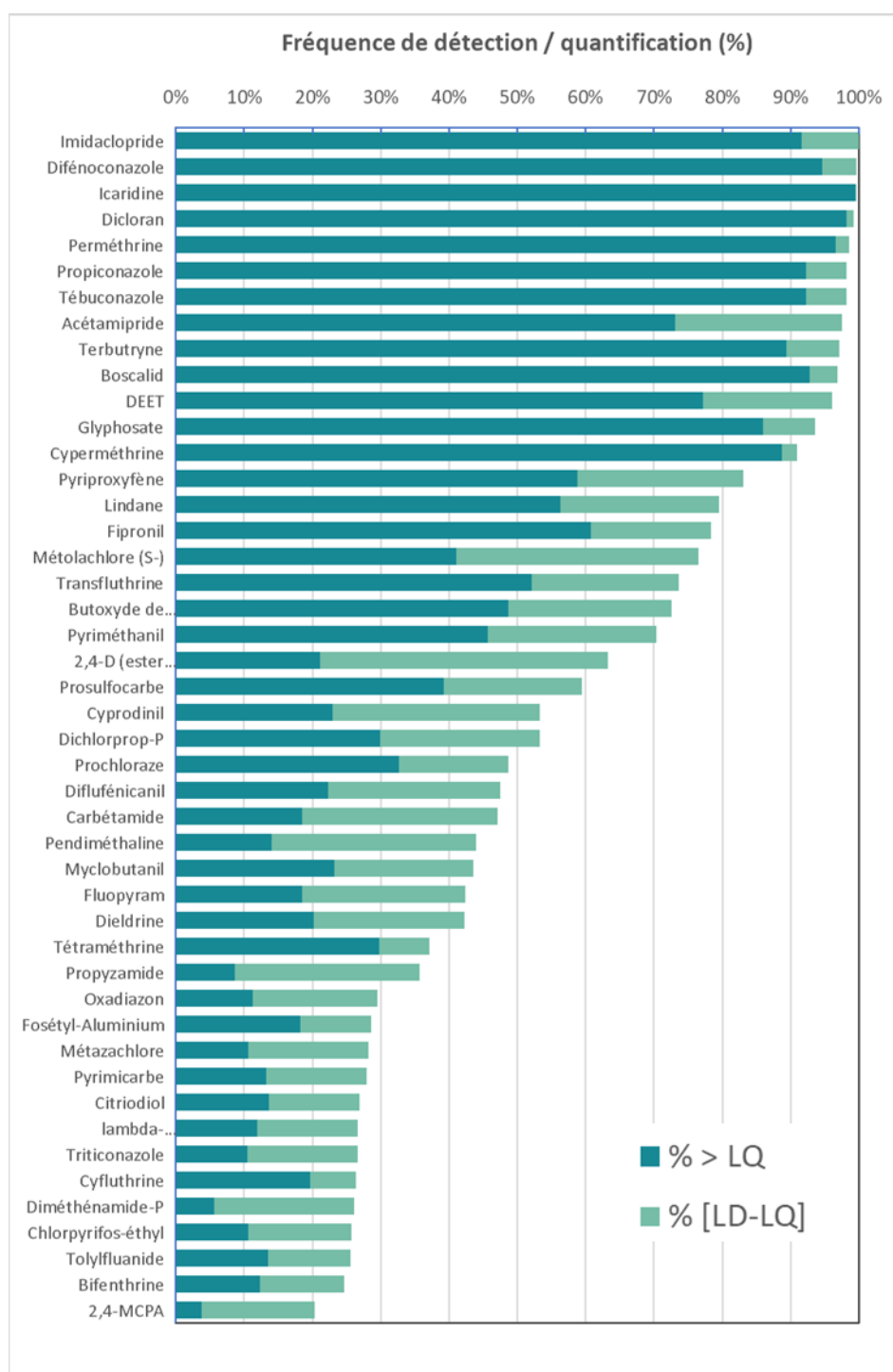


Figure 13. Fréquence de détection et de quantification des 46 pesticides détectés au niveau des poussières dans au moins 20 % des logements.

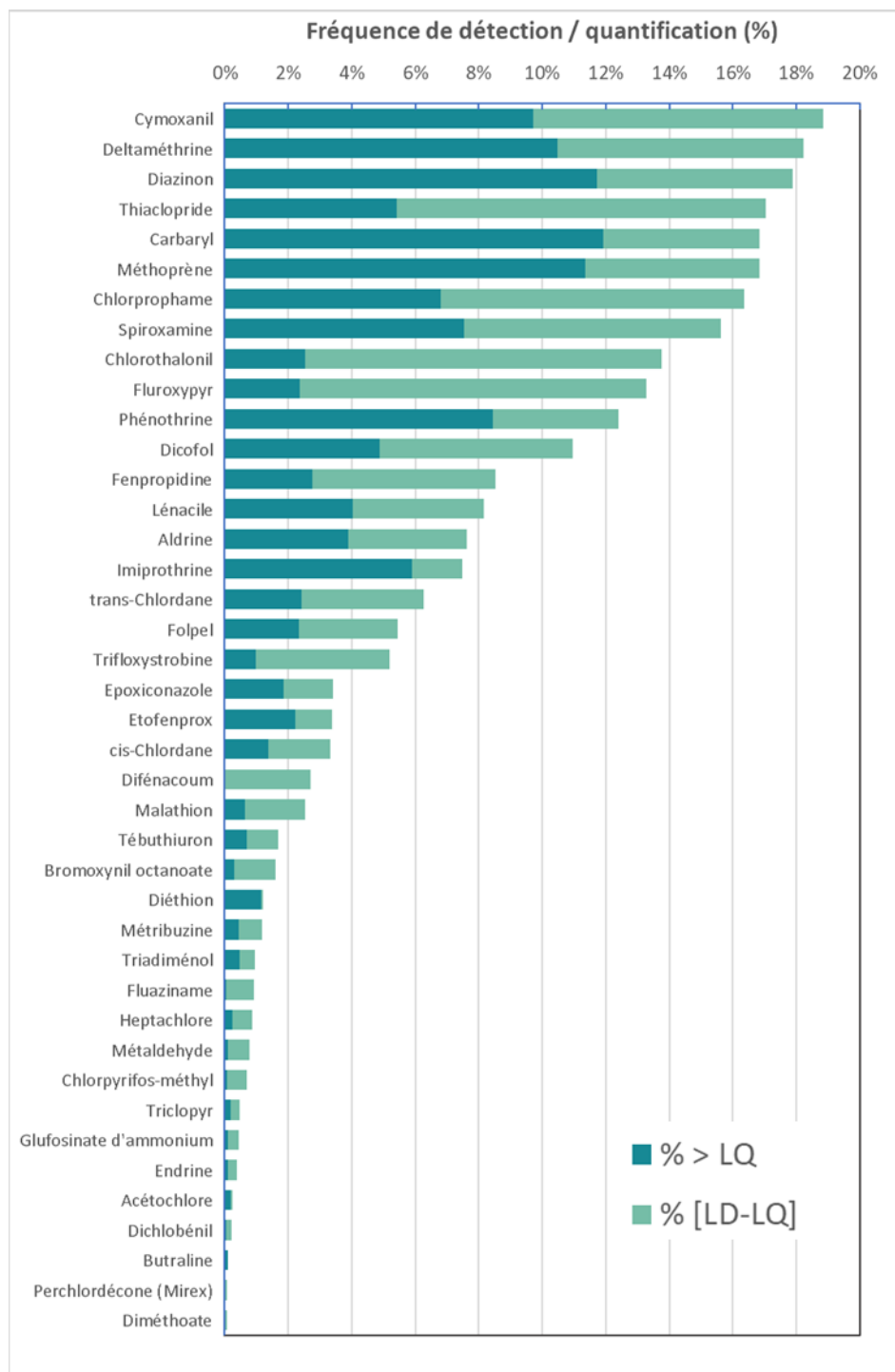


Figure 14. Fréquence de détection et de quantification des 41 pesticides plus rarement détectés au niveau des poussières des logements (détectés dans moins de 20 % des logements).

La **Figure 15** représente les concentrations médianes (P50), 25^{ème} et 95^{ème} centiles (P25 et P95) observés des 24 pesticides les plus quantifiés :

- **4 pesticides présentent une concentration médiane supérieure à 100 ng/g :** perméthrine (1078 ng/g), glyphosate (224 ng/g), cyperméthrine (150 ng/g) et PBO (113 ng/g).

- **8 pesticides présentent un 95^{ème} centile de concentration supérieur à 1 000 ng/g :** perméthrine (23 043 ng/g), imidaclopride (9 944 ng/g), glyphosate (7 125 ng/g), fipronil (7 071 ng/g), cyperméthrine (6 412 ng/g), PBO (3 619 ng/g), icaridine (2 924 ng/g) et pyriproxyfène (1 094 ng/g).
- Le lindane affiche une concentration médiane de 16,5 ng/g et un P95 de 210 ng/g.

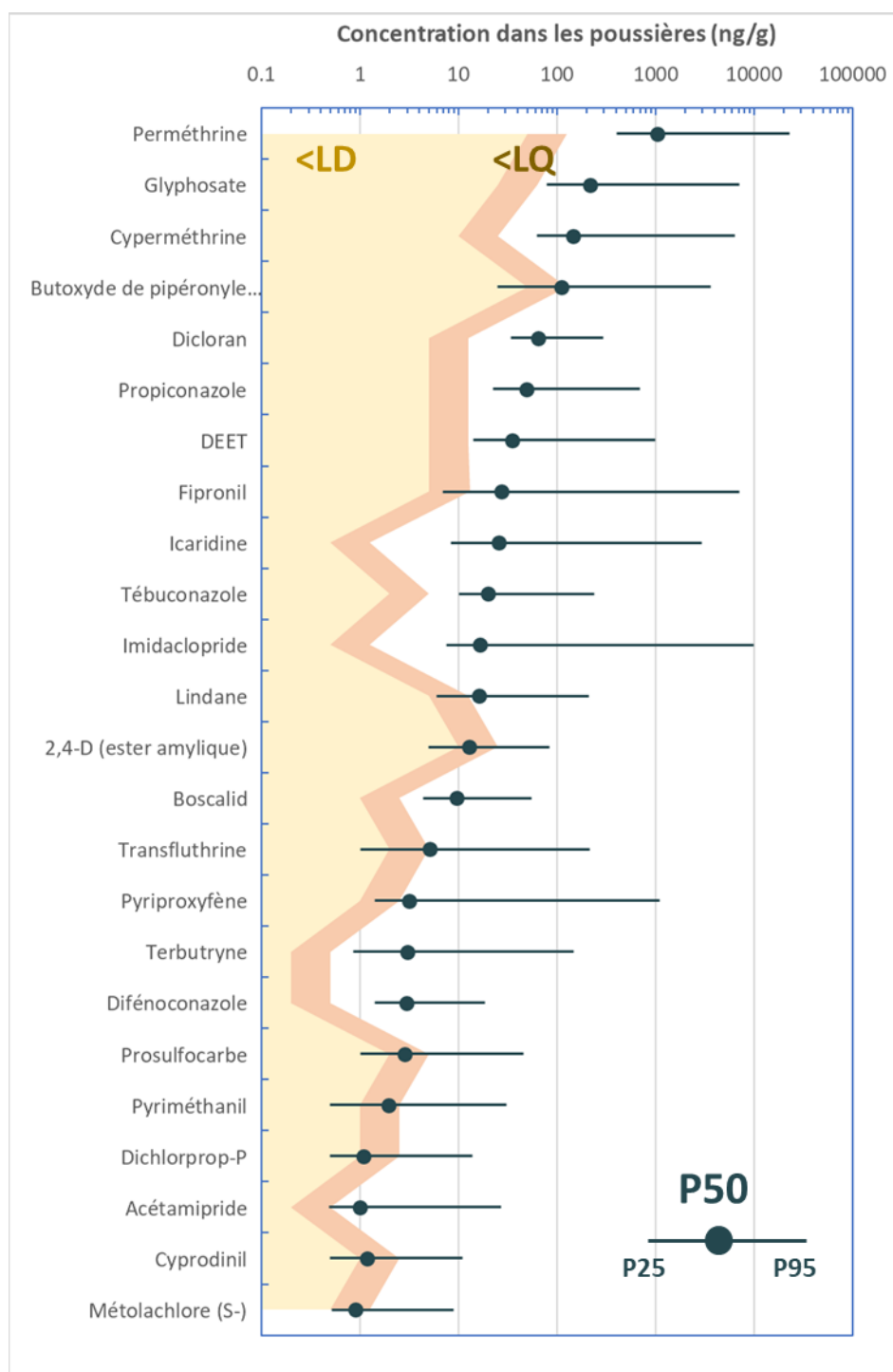


Figure 15. Représentation des concentrations médianes, 25^{ème} et 95^{ème} centiles des 24 pesticides quantifiés dans au moins 50 % des logements. Les pesticides sont classés par ordre décroissant de leur concentration médiane respective (champ : parc de résidences principales).

La **Figure 16** représente les concentrations médianes (P50), 25^{ème} et 95^{ème} centiles (P25 et P95) observés des 31 pesticides quantifiés dans au moins 5 % des logements (mais dans moins de 50 %). Sept autres pesticides montrent une concentration supérieure à 100 ng/g dans plus de 5 % des logements : tétraméthrine, citriodiol, fosétyl-aluminium, phénothrine, chlorprophame, méthoprène et deltaméthrine.

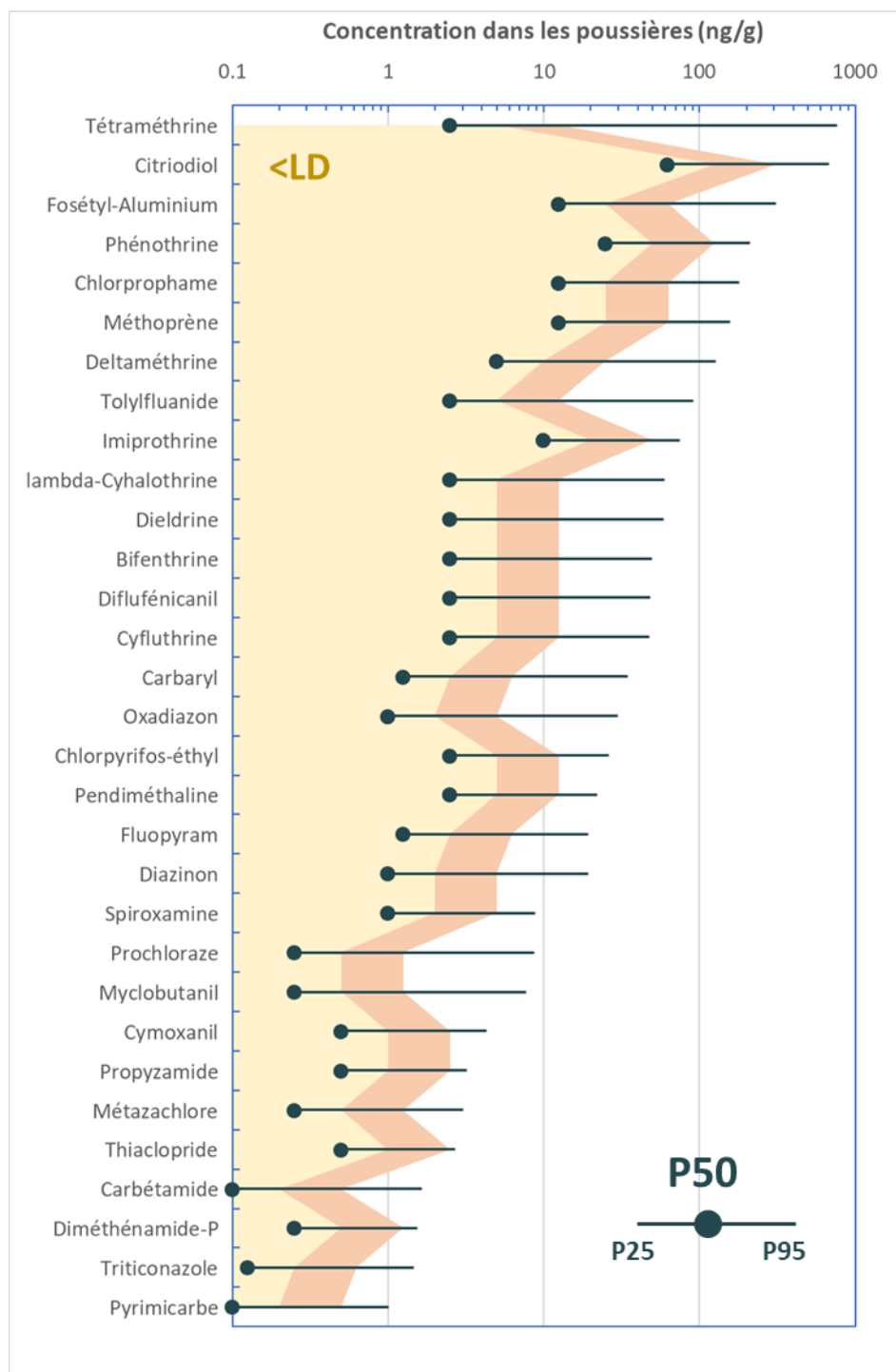


Figure 16. Représentation des concentrations médianes, 25^{ème} et 95^{ème} centiles des 31 pesticides quantifiés dans au moins 5 % des logements. Les pesticides sont classés par ordre décroissant de leur 95^{ème} centile respectif (champ : parc de résidences principales).

La **Figure 17** représente les concentrations médianes (P50), 25^{ème} et 95^{ème} centiles (P25 et P95) observés des 32 pesticides quantifiés dans moins de 5 % des logements. Parmi ces 32 substances, 10 d'entre elles sont détectées dans plus de 5 % des logements.

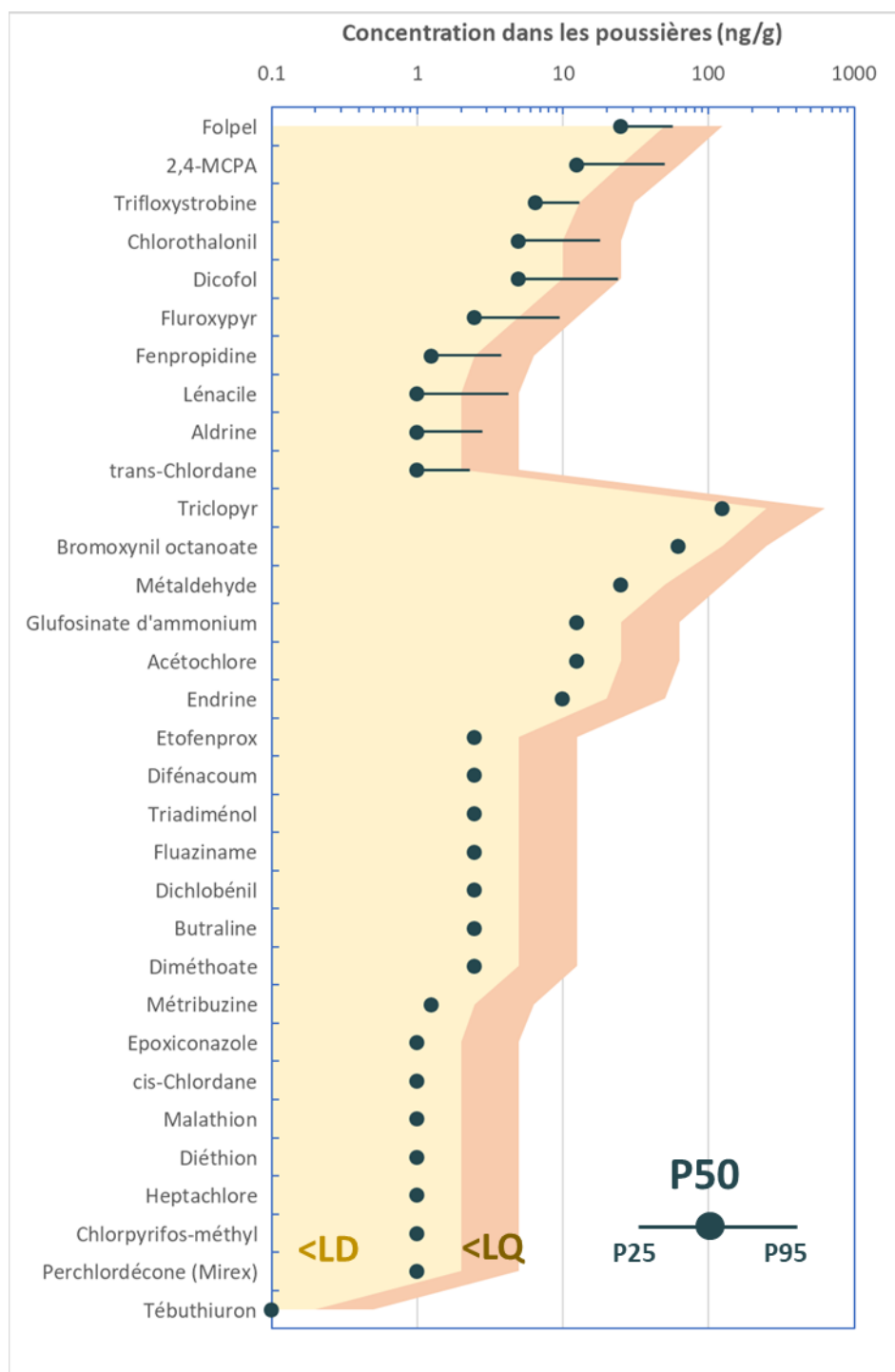


Figure 17. Représentation des concentrations médianes, 25^{ème} et 95^{ème} centiles des 32 pesticides quantifiés dans moins de 5 % des logements. Les pesticides sont classés par ordre décroissant de leur 95^{ème} centile respectif (champ : parc de résidences principales).

8. ANALYSE CONJOINTE DES NIVEAUX DE CONCENTRATIONS DE PESTICIDES

8.1. Corrélation entre les niveaux de concentrations de pesticides mesurés dans les poussières

La corrélation entre les pesticides mesurés dans les poussières a été recherché en considérant l'échantillon des 517 logements enquêtés avec mesures exploitables pour au moins une substance. La corrélation a été réalisée sur la base de données transformées en rangs pour rendre compte du lien entre les variations de profils de concentration en faisant abstraction des différences de niveaux de concentrations entre les pesticides. Toutes les données inférieures à la LD ont été imputées à la valeur 0 de façon à affecter le même rang minimum à tous les pesticides dans ce cas. Le coefficient de corrélation de Spearman obtenu varie de +1 pour une évolution des rangs identique à -1 pour une évolution inverse des rangs.

La **Figure 18** montre le corrélogramme obtenu pour 10 pesticides avec au moins un coefficient de corrélation de Spearman significatif supérieur à 0,5 (p-value < 0,0001).

	Pendiméthaline	Propyzamide	Tébuconazole	Propiconazole	cis-Chlordane	trans-Chlordane	Difénoconazole	Fluopyram	Boscalid
Prosulfocarbe	0.72	0.53	-0.03	0.02	0.10	0.17	0.11	0.08	0.02
Pendiméthaline		0.52	0.02	0.03	0.11	0.19	0.24	0.21	0.14
Propyzamide			-0.02	-0.04	0.09	0.19	0.22	0.17	0.09
Tébuconazole				0.71	0.02	0.06	0.09	0.10	0.05
Propiconazole					-0.01	0.06	-0.01	-0.02	-0.02
cis-Chlordane						0.63	-0.06	0.00	-0.01
trans-Chlordane							-0.02	0.07	0.01
Difénoconazole								0.58	0.55
Fluopyram									0.42

Figure 18. Corrélogramme des pesticides dans les poussières avec au moins un coefficient de corrélation de Spearman supérieur à 0,5 (champ : 517 logements).

Le corrélogramme fait apparaître 4 groupes de pesticides corrélés :

- Trois herbicides : **prosulfocarbe, pendiméthaline et propyzamide** ;
- Deux fongicides : **propiconazole et tébuconazole** ;
- Trois autres fongicides : **boscalid, difénoconazole et fluopyram** ;
- Les isomères du chlordane : **trans- et cis-chlordane**.

Remarque : La corrélation entre les deux isomères du chlordane est également liée à leur très faible occurrence dans les poussières (< 10 %). Pour ces substances très peu détectées, une autre méthode de recherche d'association, comme un test d'indépendance du χ^2 serait plus approprié pour qualifier la relation entre elles.

8.2. Logements avec niveaux élevés de pollution des poussières

Certains logements peuvent avoir plusieurs occurrences de concentrations élevées pour différents pesticides mesurés dans les poussières. La notion relative de concentration élevée prise en compte correspond au fait de dépasser le 75^{ème} centile de la distribution de concentration pour la substance concernée. Dans le cas où cette valeur est inférieure à la LD ou la LQ, la LQ est considérée en lieu et place du 75^{ème} centile. Une valeur inférieure à la LQ ne peut pas être considérée comme une concentration élevée. Dix logements ont été écartés, car ils présentaient uniquement des mesures de pesticides polaires (2 à 3 substances seulement) (soit 0,9 % du parc). Pour les autres logements, le total de pesticides considérés peut varier entre 41 (2 logements) et 92 (337 logements).

La **Figure 19** représente la part de logements avec de multiples occurrences de pesticides ayant des concentrations élevées dans les poussières (supérieures à P75) à l'échelle du parc de résidences principales.

- Aucun logement ne présentait plus du tiers des pesticides recherchés en forte concentrations (> P75) ;
- 507 logements affichaient pour 1 à 28 pesticides des concentrations supérieures au P75 (99,5 % du parc) :
 - 2,4 % des logements montrent des concentrations élevées pour 25% à 30 % des pesticides recherchés ;
 - 57,2 % des logements présentent des concentrations élevées pour 10 % à 24 % des pesticides recherchés ;
 - 40,0 % des logements présentent des concentrations élevées pour 1 % à 9 % des pesticides recherchés ;
- Un seul logement ne présente aucun pesticide avec une concentration supérieure au P75 (0,5 % du parc).

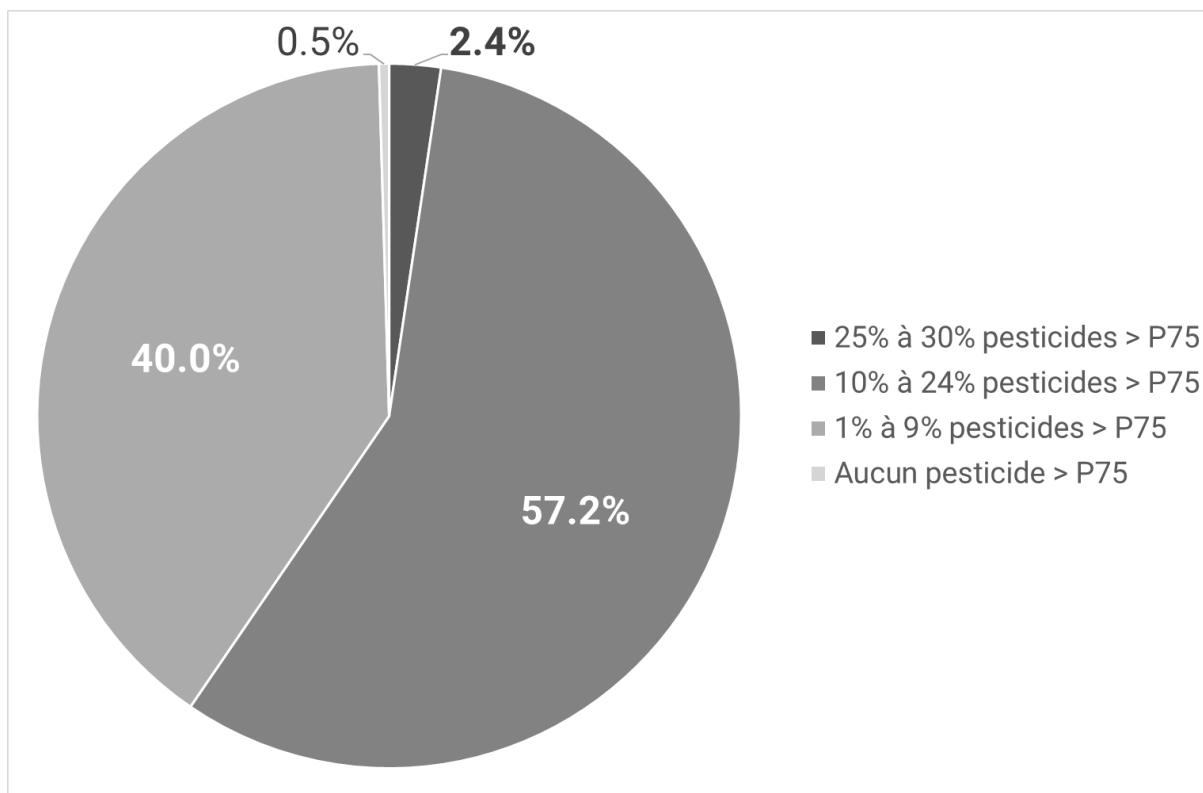


Figure 19. Part de logements avec de multiples occurrences de pesticides avec des concentrations dans les poussières jugées élevées (> P75). Champ : parc de résidences principales.

De la même façon, les logements peu pollués ont été recherchés. L'hypothèse prise en compte pour représenter la notion relative d'une faible concentration de polluants correspond au fait de ne pas dépasser le 25^{ème} centile de la distribution pour la substance concernée. Dans le cas où cette valeur est inférieure à la LD ou la LQ, la LD est prise en compte. Une concentration inférieure à la LD est considérée de fait comme une concentration faible.

- 6 logements présentent une concentration inférieure au P25 pour 90 % ou plus des pesticides mesurés (1 % du parc) ;
- 501 logements montrent une concentration dans les poussières inférieure au P25 pour 48 % à 89 % des pesticides (99,9 %) :
 - 125 logements (31 % du parc) affichent une concentration inférieure au P25 pour 75 % à 89 % des pesticides mesurés ;
 - 374 logements (67,7 % du parc) présentent plus de la moitié et jusqu'à 74 % des pesticides recherchés avec une concentration inférieure au P25 ;
 - 2 logements (0,3 % du parc) montrent une concentration dans les poussières inférieure au P25 pour 48 % à 49 % des pesticides.

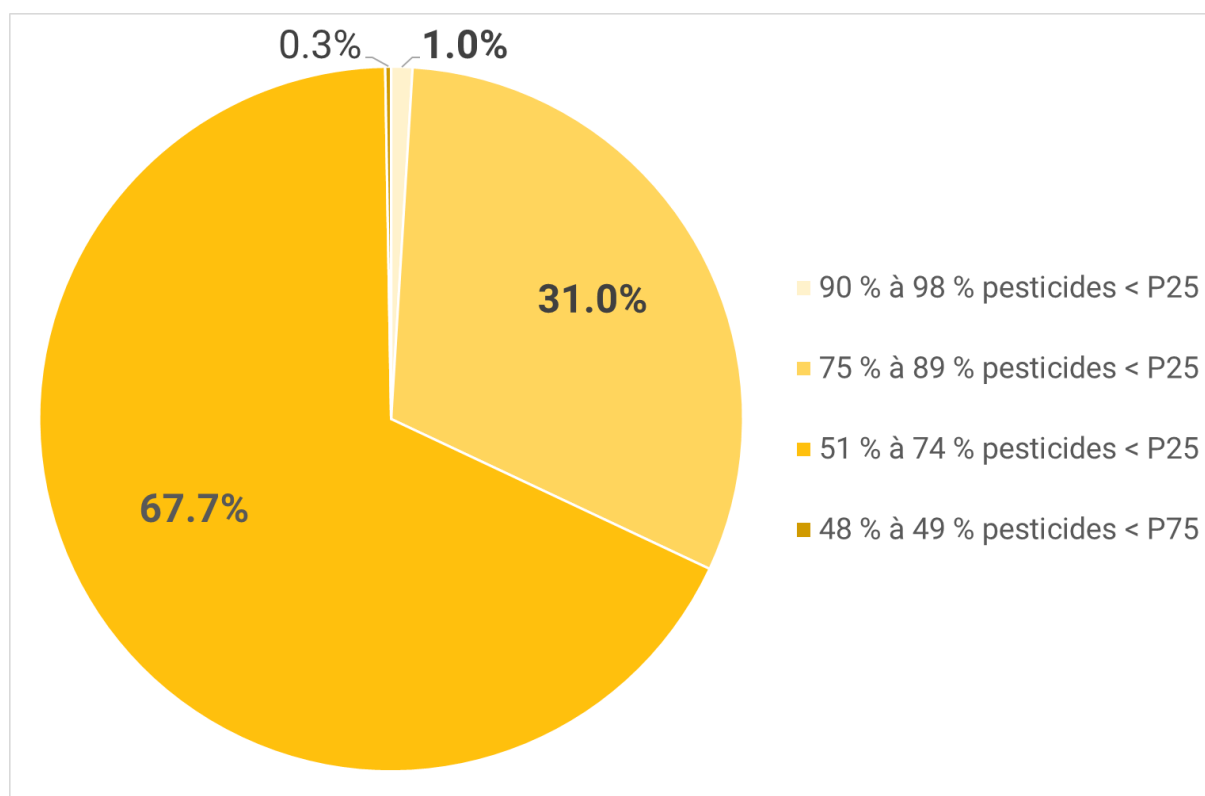


Figure 20. Part de logements avec de multiples occurrences de pesticides avec des concentrations dans les poussières jugées faibles (< P25). Champ : parc de résidences principales.

Ces premiers éléments restent à compléter avec une étude multidimensionnelle plus poussée pour analyser les caractéristiques de ces logements et comment cette multipollution se répartit entre les logements.

9. INFLUENCE DES CARACTERISTIQUES DE COLLECTE SUR LES NIVEAUX DE PESTICIDES DANS LES POUSSIÈRES

9.1. Influence du type d'échantillon (sac aspirateur / poussières libres)

L'influence du type d'échantillon n'a été considéré qu'à partir du moment où la concentration médiane était supérieur à la LD dans au moins un des deux groupes (poussières libres ou sacs aspirateur). La seule différence significative observée, après correction de Bonferroni, concerne la cyperméthrine ($p < 0,0001$, test de Mann-Whitney) (Figure 21). La médiane en cyperméthrine des échantillons collectés par sac aspirateur est plus élevée (284 ng/g) par rapport aux échantillons de poussières libres (156 ng/g). Toutes choses n'étant pas égale par ailleurs, il reste difficile d'attribuer cette différence au seul type d'échantillon.

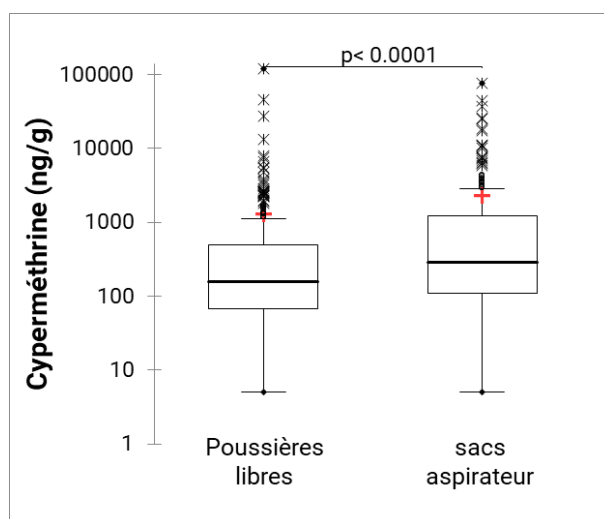


Figure 21. Influence du type d'échantillon sur les niveaux de cyperméthrine dans la poussière.

L'influence du type d'échantillon sur la fréquence de détection (codé 0/1 par échantillon) a été recherchée à l'aide d'un test d'indépendance du χ^2 . En tenant compte de la correction de Bonferroni, aucune substance (pas même la cyperméthrine) ne voit sa fréquence de détection associée avec le type d'échantillon.

9.2. Influence de la température de collecte

L'influence de la température de collecte n'a été considérée qu'à partir du moment où la concentration médiane était supérieur à la LD dans au moins un des deux groupes (échantillon à température ambiante ou échantillon frais). La seule différence significative observée, après correction de Bonferroni, concerne le carbétamide ($p < 0,0001$, test de Mann-Whitney) (Figure 22). La médiane en carbétamide des échantillons reçus à température ambiante est plus élevée (0,2 ng/g) par rapport aux échantillons reçus frais (médiane < LD de 0,2 ng/g). Toutes

choses n'étant pas égale par ailleurs, il reste difficile d'attribuer cette différence à la seule température de collecte.

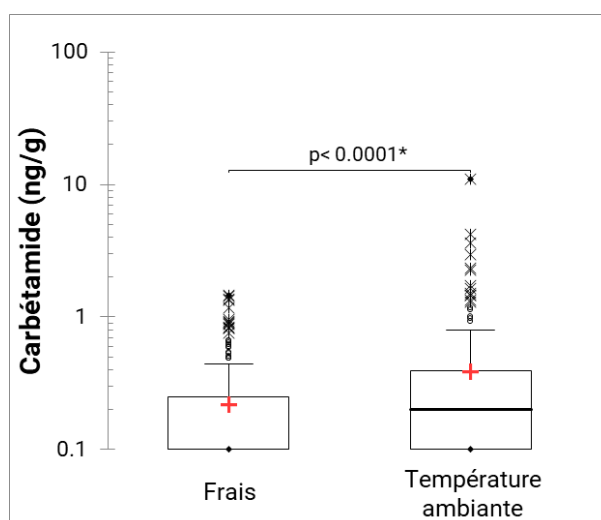


Figure 22. Influence de la température de collecte sur les niveaux de carbétamide dans la poussière.

Pour aller plus loin, l'influence de la température de collecte sur la fréquence de détection (codé 0/1 par échantillon) a été recherchée à l'aide d'un test d'indépendance du χ^2 . En tenant compte de la correction de Bonferroni, 4 substances apparaissent associées à la température de l'échantillon à réception (**Tableau 24**). Pour trois d'entre eux (carbétamide, oxadiazon et triticonazole), la fréquence de détection est plus importante dans les échantillons réceptionnés à température ambiante. Dans le cas où cette différence serait causée par la seule température à réception, cela pourrait supposer une contamination de ces échantillons par ces trois substances et donc une possible surestimation de la fréquence de détection à l'échelle du parc. C'est une hypothèse qui reste à confirmer. Pour la dernière substance, la pendiméthaline, la fréquence de détection est cette-fois plus élevée dans les échantillons frais. Si l'influence de la température est avérée, cela pourrait supposer une possible dégradation de la molécule lors du transport de l'échantillon à température ambiante, et donc une possible sous-estimation de la fréquence de détection à l'échelle de la population. Dans les deux cas, l'étude Cocopop permettra d'éclairer ces hypothèses sur des expérimentations plus robustes menées en laboratoire.

Tableau 24. Fréquence de détection (FD) comparée entre échantillons frais et échantillons reçus à température ambiante.

Substance	FD Frais	FD T ambiante	p-valeur
Carbétamide	35%	51%	0,0004
Oxadiazon	21%	38%	<0,0001
Pendiméthaline	48%	33%	0,0004
Triticonazole	19%	33%	0,0003

9.3. Influence de la collecte de poussières hors volume habitable

L'influence des poussières collectées hors du volume habitable (cave, garage, voiture et incluant les cendres de cheminée ou de barbecue, les poussières de travaux et les déversements accidentels de farine ou autre) n'a été considérée qu'à partir du moment où la concentration médiane était supérieure à la LD dans au moins un des deux groupes (hors volume habitable incluant également les non-réponses ou dans le volume habitable). La seule différence significative observée, après correction de Bonferroni, concerne le difénoconazole ($p = 0,0003$, test de Mann-Whitney) (**Figure 23**). La médiane en difénoconazole des échantillons collectés dans le seul volume habitable est plus élevée (3,4 ng/g) par rapport aux échantillons qui incluent des poussières extérieures au volume habitable (2,0 ng/g). Toutes choses n'étant pas égale par ailleurs, il reste difficile d'attribuer cette différence à la seule température de collecte.

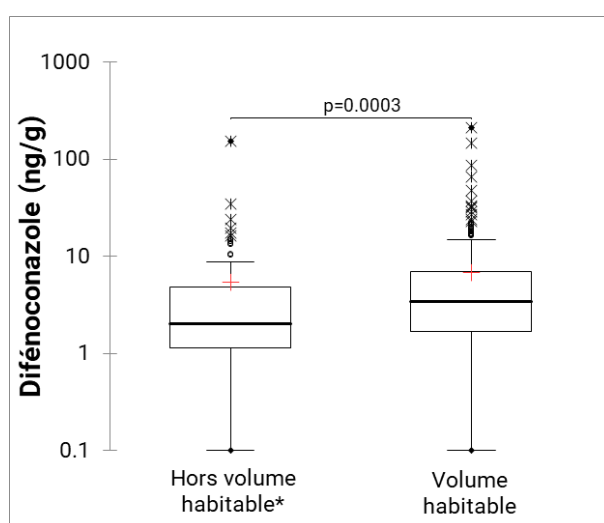


Figure 23. Influence des poussières collectées hors de volume habitable (*incluant cendres, poussières de travaux, déversements accidentels) sur les niveaux de difénoconazole dans les poussières.

Pour aller plus loin, l'influence de la température de collecte sur la fréquence de détection (codé 0/1 par échantillon) a été recherchée à l'aide d'un test d'indépendance du χ^2 . En tenant compte de la correction de Bonferroni, aucune association significative n'a pu être observée entre la fréquence de détection et la provenance de la poussière collectée.

9.4. Influence de détérioration du sachet de collecte

La détérioration du sachet de collecte des poussières (réceptionné ouvert ou dans un cas déchiré) ne concerne que 7 échantillons sur lesquels il restera difficile d'émettre des conclusions. Un test d'indépendance du χ^2 a néanmoins été mené en croisant la détection de chaque substance au sein de chaque échantillon (0/1) au regard d'un sachet de collecte détérioré ou non (1/0). Le test fait ressortir la cyfluthrine avec une association significative au regard du fait que 6 des 7 échantillons avec sachet détérioré affichent une détection de la cyfluthrine (FD = 86 %) contre une fréquence de détection de 23 % dans les échantillons corrects. Le test n'est pas très robuste, mais pointe un effet potentiel sur la cyfluthrine. Il

conviendrait sans doute d'écarter ces échantillons pour une exploitation plus fine de la cyfluthrine. Le test ne fait pas ressortir d'associations avec d'autres substances.

9.5. Influence du traitement du sac ou de l'aspirateur

Seuls 17 échantillons sont concernés par un traitement du sac aspirateur ou de l'aspirateur lui-même, le plus souvent par l'ajout de désodorisants. Un test d'indépendance du khi² ne fait ressortir aucune association entre cette variable et les niveaux de concentrations en pesticides dans les poussières.

10. CROISEMENT DES NIVEAUX DE CONCENTRATION EN PESTICIDES AVEC DES CARACTERISTIQUES DES LOGEMENTS

Certaines caractéristiques des logements comme sa typologie (logement individuel ou collectif) ou la proximité d'une zone de culture ont été prises en compte pour identifier une éventuelle association de ces variables avec les concentrations de pesticides dans les poussières. Les caractéristiques d'usages de produits pesticides ont également été intégrés, tout comme la période d'enquête. Ces comparaisons sont réalisées à l'échelle de l'échantillon des 517 logements avec au moins une mesure de pesticide. Les comparaisons ne sont pas réalisées sur des données pondérées et ne sont donc pas exprimées à l'échelle de la population à ce stade.

10.1. Type de logement (individuel / collectif)

L'influence du type de logement (individuel ou collectif) sur les concentrations en pesticides dans les poussières a été étudiée. Le type de logement est significativement associé avec les concentrations de 6 pesticides dans les poussières (cf. [Tableau 25](#) et [Figure 24](#)).

Tableau 25. Liste de 12 pesticides dont la concentration dans l'air est associée au type de logement

Concentration médiane (ng/g)	Logement individuel	Logement collectif	p-valeur
Acétamipride	1,0	1,9 (+++)	<0,0001
Boscalid	8,7	13,4 (+++)	<0,0001
Dichlorprop-P	1,3 (++)	< 1,0	0,0003
Glyphosate	300 (+++)	132	<0,0001
Propiconazole	96,5 (+++)	29,8	<0,0001
Tébuconazole	30,6 (+++)	15,2	<0,0001

+++ : concentration significativement plus élevée dans ce type de logement avec $p < 0,0001$;

++ : concentration significativement plus élevée dans ce type de logement avec $p < 0,001$.

Pour le glyphosate, le propiconazole, le tébuconazole et le dichlorprop-P, les concentrations sont significativement plus élevées dans les logements individuels que dans les logements collectifs. A l'inverse, pour l'acétamipride et le boscalid, les concentrations sont significativement plus élevées en logement collectif.

Des tendances peuvent également être observées pour 17 autres substances, mais ces associations ne ressortent pas de manière significative après correction de Bonferroni. La majorité des substances (69) ne montrent pas d'association entre leur niveau de concentration dans les poussières et le type de logement.

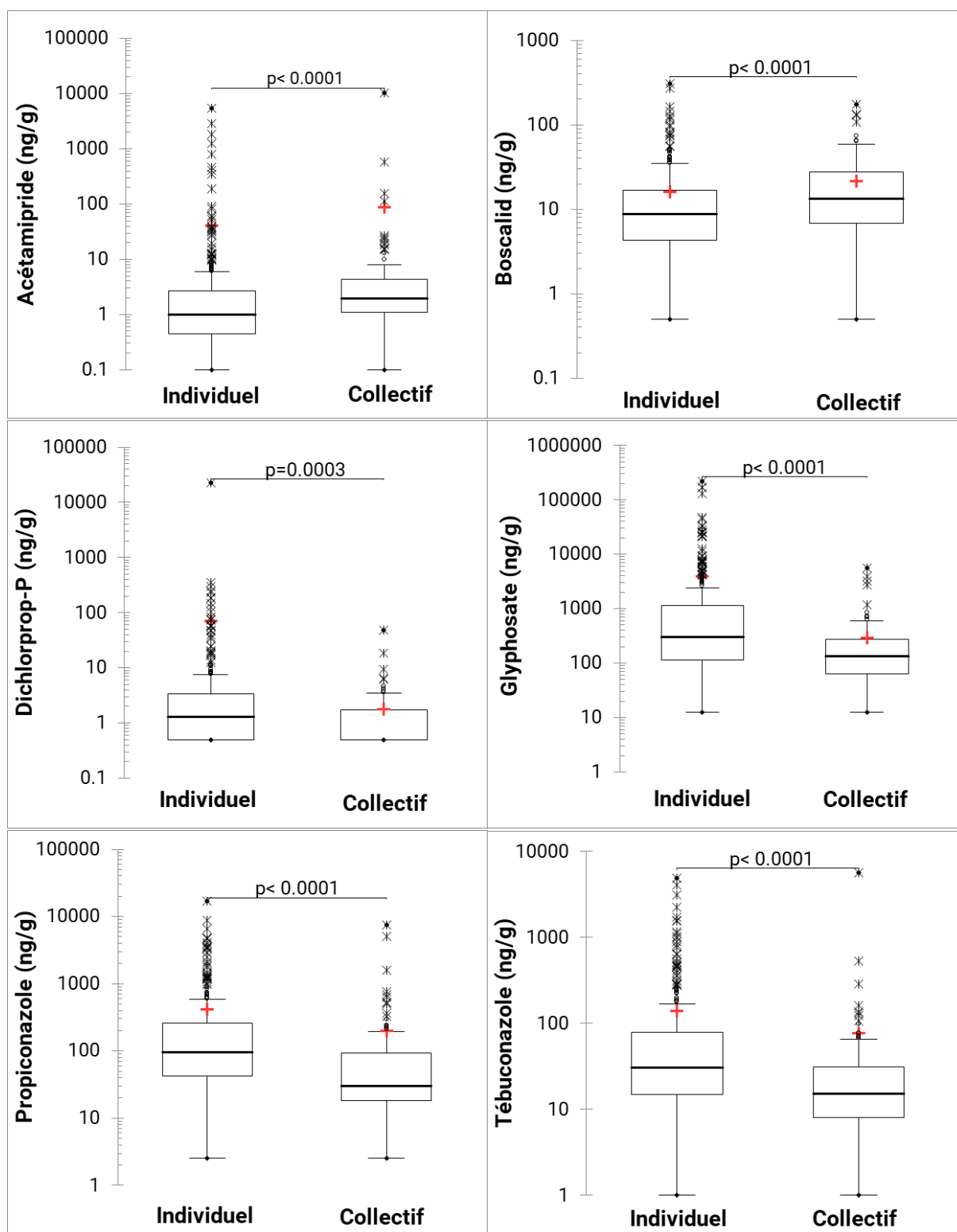


Figure 24. Influence du type de logement sur les concentrations en acétamipride, boscalid, dichlorprop-P, glyphosate, propiconazole et tébuconazole (concentrations en échelle logarithmique).

10.2. Proximité d'une zone de culture

L'influence de la proximité d'une zone de cultures (incluant, serres, pépinières et jardins publics) à moins de 200 m du logement a été étudiée. Le nombre et le type de cultures à proximité n'ont pas été pris en compte à ce stade.

Un seul pesticide montre une association significative avec la proximité d'une zone de cultures : le glyphosate (cf. **Figure 25**). Les concentrations dans les poussières sont globalement un peu plus élevées dans les logements à proximité de zone de cultures (médiane de 386 ng/g) par rapport aux autres (médiane de 182 ng/g).

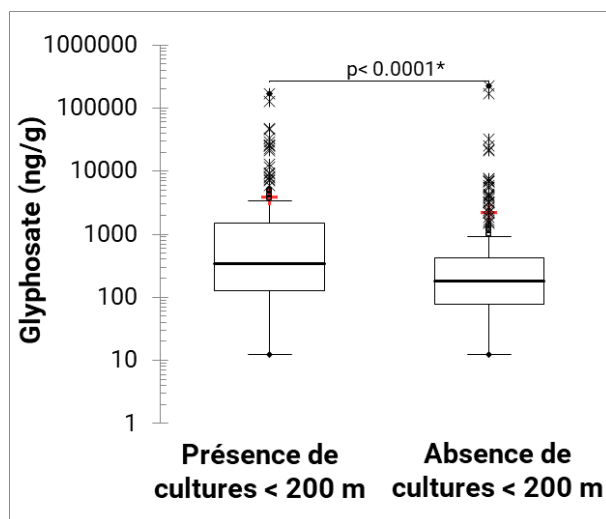


Figure 25. Influence de la proximité d'une zone de cultures à moins de 200 m du logement sur les concentrations en métolachlore (concentrations en échelle logarithmique).

Cinq autres pesticides montrent des tendances (tests significatifs avant la correction de Bonferroni) qui vont pour certains dans le même sens : dicofol et métolachlore, et pour d'autres dans le sens inverse (concentrations globalement plus importantes dans les logements sans cultures à moins de 200 m) : dieldrine, lindane et terbutryne.

Pour aller plus loin, il serait nécessaire d'affiner la variable de proximité d'une zone de cultures par une description plus détaillée de l'occupation des sols, ainsi que développer une approche par type de culture prise indépendamment.

10.3. Usages de produits pesticides dans le logement

Les variables d'usage de produits pesticides dans le logement sont déclinées par période (durant l'année écoulée ou durant la semaine d'enquête) et par destination (dans le logement ou à l'extérieur).

Le croisement de la variable QPV1 (utilisation de produits pesticides à l'extérieur dans les 12 derniers mois, recodée en variable binaire) avec les concentrations dans les poussières des 92 pesticides ne montrent qu'une seule association significative avec le glyphosate après correction de Bonferroni (361 ng/g en valeur médiane dans les logements ayant utilisé un produit pesticide à l'intérieur contre 199 ng/g pour les autres logements) (**Figure 26**). Un lien possible mais qui reste à confirmer (tests significatifs avant la correction de Bonferroni) est observé pour 11 autres substances : 2,4-D, bifenthrine, cyfluthrine, DEET, dieldrine,

diflufénicanil, glufosinate d'ammonium, lambda-cyhalothrine, myclobutanil, prochloraze et triadiménol.

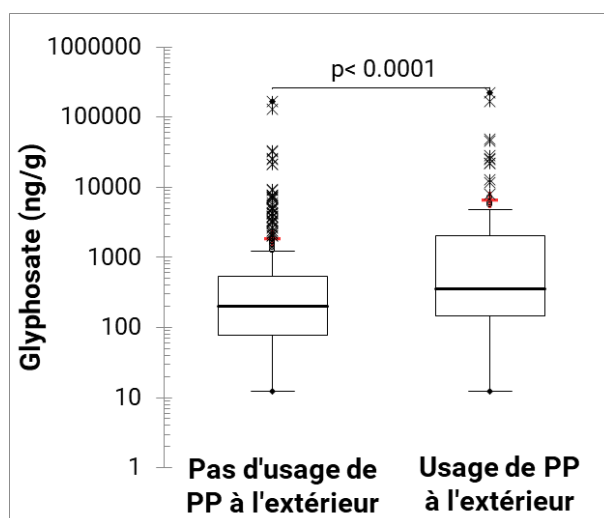


Figure 26. Influence de l'usage de produits pesticides (PP) à l'extérieur dans les 12 derniers mois sur les concentrations en glyphosate (concentrations en échelle logarithmique).

Il en va de même pour le croisement des mesures de concentration des 92 pesticides dans l'air avec la variable QPV3 (utilisation de produits pesticides à l'intérieur dans les 12 derniers mois, recodée en variable binaire) avec uniquement deux associations significatives observées avec le fipronil et la perméthrine (**Figure 27**). La concentration médiane en fipronil est significativement plus élevée dans les logements ayant déclaré un usage de produits pesticides en intérieur (62 ng/g) par rapport aux autres logements (17 ng/g). Il en est de même pour la perméthrine (2 520 contre 1 068 ng/g). Les tendances observées mais non significatives après correction de Bonferroni concernent le butoxyde de pipéronyle (PBO), le DEET, l'icaridine, le lénacile, le méthoprène, le myclobutanil, la phénothrine, le pyriproxifène et la transfluthrine.

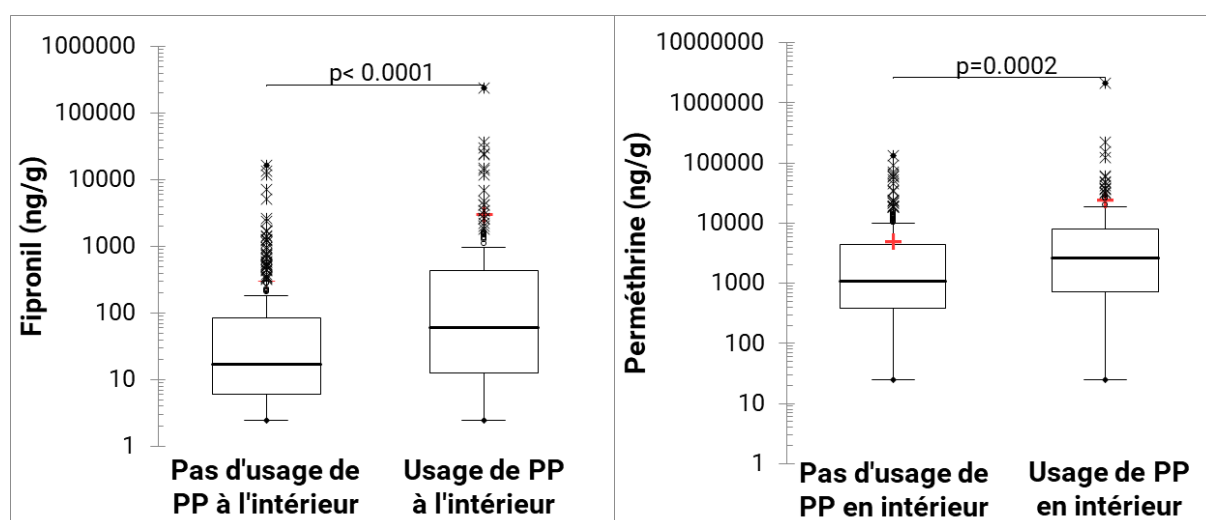


Figure 27. Influence de l'usage de produits pesticides (PP) à l'intérieur dans les 12 derniers mois sur les concentrations en fipronil (concentrations en échelle logarithmique).

L'usage de produits pesticides à l'intérieur du logement pendant la semaine d'enquête, déclarés pour 51 foyers, ne fait pas ressortir d'association significative avec la concentration en pesticides dans les poussières. Des tendances sont observées pour 8 pesticides (2,4-D, butoxyde de pipéronyle (PBO), carbétamide, deltaméthrine, fipronil, imidaclopride, imiprothrine, méthoprène), associations non significatives après application de la correction de Bonferroni. Il en est de même avec la fréquence de détection des pesticides dans les poussières.

L'usage d'au moins un produit pesticide à l'extérieur du logement sur la semaine a été déclaré dans 28 foyers, mais n'est pas non plus associé de manière significative à la concentration des pesticides dans les poussières. Et 7 pesticides (2,4-D, 2,4-MCPA, acétochlore, PBO, folpel, fosétyl-aluminium, S-métolachlore) montrent une tendance à l'association de cette variable avec leur concentration dans les poussières. C'est toutefois à relativiser avec l'effectif faible de 28 logements ayant déclaré un usage de ces produits en extérieur.

11. COMPARAISON AVEC LA CAMPAGNE ECOS-POUSS

Dans le cadre du projet ECOS-POUSS (Exposition cumulée aux composés organiques semi-volatils dans l'habitat, volet poussières), une analyse des composés organiques semi-volatils, qui comptent certains pesticides, a été menée sur les échantillons de poussières collectés dans le cadre de la campagne Plomb-Habitat, représentative des 3,6 millions de foyers avec au moins un enfant âgé de 6 mois à 6 ans en France métropolitaine (Mandin et al, 2014 ; Glorennec et al., 2015). La collecte des échantillons a été réalisée dans les logements entre 2008 et 2009. C'est le sac aspirateur du ménage qui a été récupéré systématiquement. Sur les 484 logements enquêtés avec un focus sur l'exposition au plomb, un total de 145 échantillons collectés a été retenu avec une masse tamisée à 100 µm suffisante (200 mg minimum). Un jeu de poids de sondage spécifique a été associé à ces échantillons pour représenter les 3,6 millions de foyers.

L'analyse a été réalisée par extraction liquide sous pression au dichlorométhane (ASE) couplée à une analyse en GC-MS/MS selon une méthode multi-résidus (Mercier et al., 2014). Les substances ont été quantifiées par étalonnage interne à l'aide de congénères marqués.

Sur les 48 substances semi-volatiles recherchées, 12 étaient des pesticides communs avec PestiLoge : aldrine, chlorpyrifos-éthyl, cyfluthrine, cyperméthrine, deltaméthrine, diazinon, dichlorvos, dieldrine, endrine, lindane, oxadiazon et perméthrine.

Le **Tableau 26** montre les différences de limites et de fréquences de détection et de quantification entre les deux campagnes. Les LD et LQ de la campagne PestiLoge sont deux fois plus faibles pour l'aldrine, le diazinon, le dichlorvos et l'oxadiazon. La LD de l'endrine sur la campagne PestiLoge est également un peu plus faible que celle de la campagne ECOS-POUSS. Pour les autres pesticides, LD et LQ sont pratiquement équivalentes sauf pour la perméthrine avec des limites deux fois plus élevées pour PestiLoge (sans conséquences au vu des fréquences de détection et quantification supérieures à 95 % dans les deux campagnes). Les fréquences de détection (FD) et de quantification (FQ) sont calculées sur la base des LD et LQ propres à chaque campagne. La **Figure 28** vient illustrer ces différences observées entre les deux campagnes.

Le dichlorvos n'a jamais été détecté dans les deux campagnes. La perméthrine est détectée dans plus de 98 % des logements au niveau des deux campagnes. L'aldrine et l'endrine sont très faiblement détectés (< 10 %) dans les deux campagnes. La cyperméthrine est plus souvent détectée dans les logements lors de la campagne PestiLoge (91 %) comparée à la campagne ECOS-POUSS (47 %). Pour les autres pesticides, la fréquence de détection est plus faible lors de la campagne PestiLoge :

- Chlorpyrifos-éthyl détecté dans 26 % des logements (PestiLoge) contre 67 % (ECOS-POUSS) ;
- Cyfluthrine détectée dans 26 % des logements (PestiLoge) contre 51 % (ECOS-POUSS) ;
- Deltaméthrine détectée dans 18 % des logements (PestiLoge) contre 55 % (ECOS-POUSS) ;

- Dieldrine détectée dans 42 % des logements (PestiLoge) contre 53 % (ECOS-POUSS) ;
- Lindane détecté dans 80 % des logements (PestiLoge) contre 94 % (ECOS-POUSS) ;
- Oxadiazon détecté dans 30 % des logements (PestiLoge, avec seulement 10 % de valeurs supérieures à 5,3 ng/g) contre 53 % (ECOS-POUSS) ;
- Diazinon détecté dans 18 % des logements (PestiLoge, avec seulement 11 % de valeurs supérieures à 5,3 ng/g) contre 29 % (ECOS-POUSS) ;

Tableau 26. Comparaison des limites et fréquences de détection (LD et FD) et de quantification (LQ et FQ) des pesticides dans les poussières entre les deux campagnes de mesure ECOS-POUSS et CNL2/PestiLoge.

Substance	ECOS-POUSS (N = 3 581 992)				PestiLoge (N = 22 254 158)			
	LD	LQ	FD	FQ	LD	LQ	FD	FQ
Aldrine	5,3	13,2	7,0%	2,8%	2	5	7,6%	3,9%
Chlorpyriphos-éthyl	5,3	13,2	66,7%	34,9%	5	12,5	25,8%	10,7%
Cyfluthrine	5,3	13,2	51,1%	28,2%	5	12,5	26,3%	19,6%
Cyperméthrine	10,5	26,3	46,9%	46,9%	10	25	90,9%	88,7%
Deltaméthrine	13,2	26,3	55,4%	10,0%	10	25	18,2%	10,5%
Diazinon	5,3	13,2	29,2%	15,6%	2	5	17,9%	11,7%
Dichlorvos	5,3	13,2	0%	0%	2	5	0%	0%
Dieldrine	5,3	13,2	52,7%	23,6%	5	12,5	42,2%	20,1%
Endrine	39,5	65,8	0,5%	0%	20	50	0,4%	0,1%
Lindane	5,3	13,2	94,0%	66,2%	5	12,5	79,6%	56,3%
Oxadiazon	5,3	13,2	53,4%	30,9%	2	5	29,5%	11,2%
Perméthrine	26	66	98,6%	98,6%	50	125	98,6%	96,5%

FD: fréquence de détection (%) ; FQ : fréquence de quantification (%) ; LD : limite de détection (ng/g) ; LQ : limite de quantification (ng/g) ; **En gris** : substance jamais détectée ; **En gras** : FD ou FQ supérieure à 50 % ; **Substance en gras** : substance avec FD > 50 % dans une des deux campagnes.

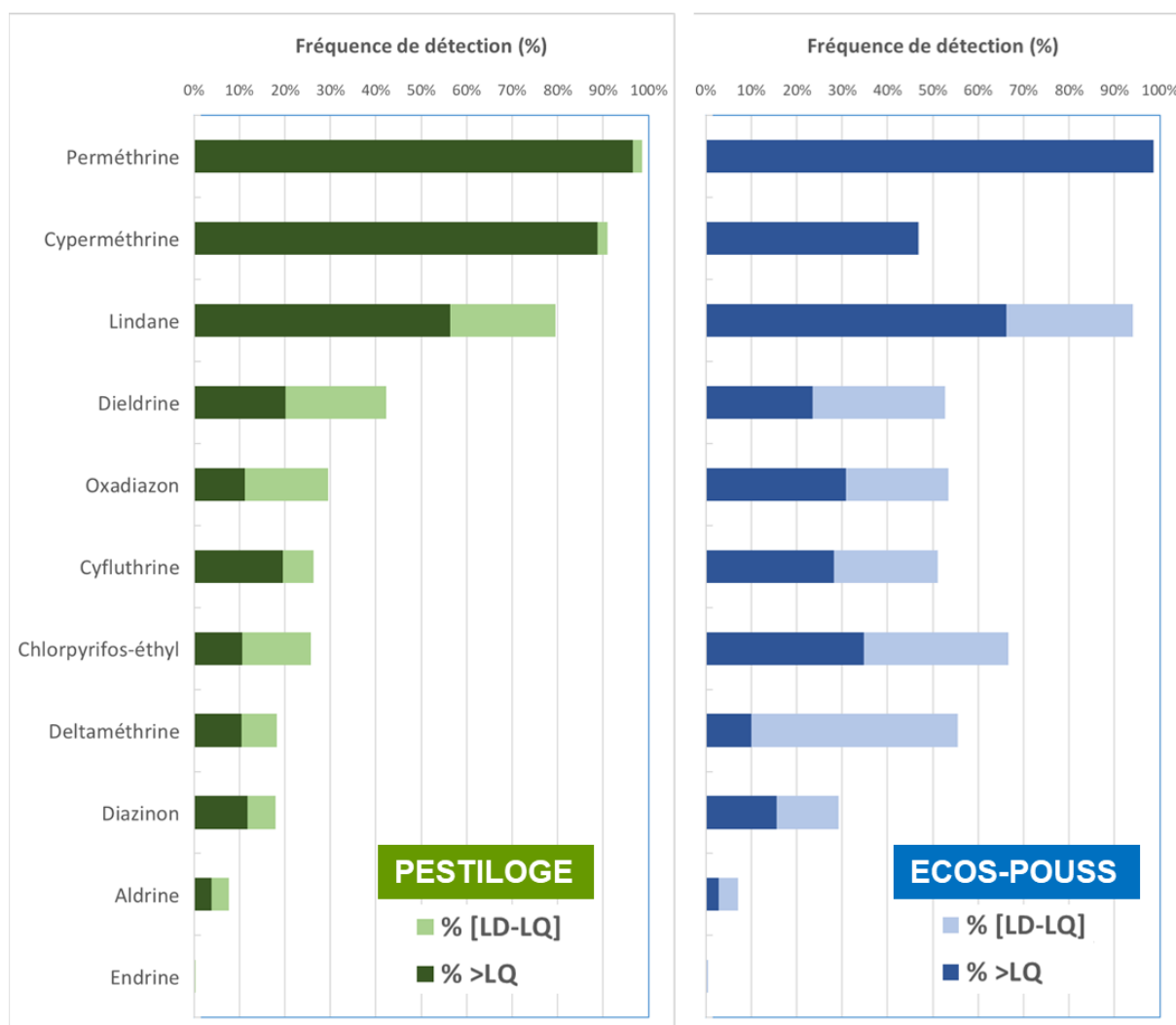


Figure 28. Comparaison des fréquences de détection dans les poussières pour les 11 pesticides détectés au moins une fois entre les deux campagnes CNL2/PestiLoge (à gauche) et ECOS-POUSS (à droite).

Le **Tableau 27** compare les concentrations médianes, les 25^{ème} et 95^{ème} centiles observés à l'échelle du parc de résidences principales d'une part et des logements avec enfants de 6 mois à 6 ans en France métropolitaine d'autre part. Trois substances montrent des différences marquées :

- La cyperméthrine affiche des concentrations plus élevées aux 3 centiles de distribution (P50, P75 et P95) au niveau de la campagne PestiLoge, en cohérence avec une fréquence de détection et de quantification plus élevées ;
- Le lindane montre quant à lui des concentrations plus élevées aux 3 centiles de distribution (P50, P75 et P95) au niveau de la campagne ECOS-POUSS, en cohérence avec une fréquence de détection et de quantification également plus élevées ;
- La perméthrine présente une concentration médiane et un 95^{ème} centile environ deux fois plus élevées pour la campagne ECOS-POUSS.

La significativité des différences observées n'a pas été vérifiée à ce stade. Pour les autres substances, les différences sont moins marquées. Les tendances observées sur la fréquence de détection se retrouvent en général également à l'échelle des concentrations.

Tableau 27. Comparaison des concentrations médianes, du 75^{ème} et du 95^{ème} centile des pesticides dans les poussières entre les deux campagnes de mesure ECOS-POUSS et CNL2/PestiLoge (en ng/g).

Concentration (ng/g)	ECOS-POUSS (N = 3 581 992)			PestiLoge (N = 22 254 158)		
	P50	P75	P95	P50	P75	P95
Aldrine	<LD	<LD	9,3	<LD	<LD	2,8
Chlorpyriphos-éthyl	9,3	22,5	73,5	<LD	5,4	26
Cyfluthrine	9,3	13,5	43,0	<LD	5,5	47,3
Cyperméthrine	<LD	368	4 088	150	497	6 412
Deltaméthrine	19,8	19,8	69,5	<LD	<LD	127
Diazinon	<LD	9,3	43,5	<LD	<LD	19,3
Dichlorvos	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD
Dieldrine	9,3	9,3	52	<LD	10,5	58,6
Endrine	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD
Lindane	25,0	44,0	274	16,5	39,1	210
Oxadiazon	9,3	20,0	49,0	<LD	2,8	29,9
Perméthrine	2 642	5 024	54 580	1 078	6 314	23 043

P50 : concentration médiane (ng/g) ; P75, P95 : 75^{ème} et 95^{ème} centile respectif de distribution en concentration (ng/g), <LD : valeur inférieure à la limite de détection ; **En gris** : substance jamais détectée ; **En gras** : concentration quantifiée (ng/g) ; **Substance en gras** : substance avec un P95 quantifié.

12. CONCLUSION

L'Observatoire de la qualité de l'air intérieur (OQAI) présente les résultats de mesure des pesticides dans les poussières dans le cadre de la deuxième campagne nationale sur la qualité de l'air dans les logements en France (CNL2). Elle couvre la période de novembre 2020 à février 2023. La campagne associe des mesures de qualité de l'air (et dans les poussières) au domicile des participants sur une semaine de 7 jours à une enquête sur les caractéristiques des logements, des ménages et des équipements présents, complétée par la fréquence des activités domestiques et la perception des occupants sur leur confort. Le recueil d'un auto-questionnaire relatif à la santé respiratoire et allergique des occupants pour exploitation par Santé publique France clôture l'enquête.

Les pesticides mesurés dans les poussières ont été sélectionnés à partir de travaux de hiérarchisation menés par l'Anses en tenant compte de la faisabilité métrologique. Un marché public a permis d'identifier un laboratoire au niveau national capable de tamiser et peser les échantillons de poussière. Ce même laboratoire a été retenu par l'Anses dans le cadre d'un marché négocié avec exclusivité pour analyser 92 pesticides dans les échantillons de poussières collectés.

L'échantillonnage des logements enquêtés a été réalisé sur la base des 14 192 participants à l'enquête EHIS au niveau de la métropole, parmi lesquels 13 474 ont répondu à une question relative à l'autorisation de transmission de leurs coordonnées en vue d'obtenir plus de détails sur la CNL2. Sur cette base et après consolidation, les coordonnées de 3 667 foyers désireux d'en savoir plus ont été communiquées au prestataire en charge du recrutement de la CNL2. Toutes les adresses ont été contactées. Après quelques relances, 750 accords de consentement à participer à la CNL2 ont été reçus. A la fin du terrain de l'enquête, 571 logements ont été enquêtés en deux vagues (de novembre 2020 à décembre 2021 et de janvier 2022 à février 2023). Un total de 1516 individus a répondu aux questions de l'enquête. Les logements enquêtés sont répartis dans 321 communes et 84 départements.

Un redressement en trois étapes, suivi d'un calage sur marge, a conduit à l'élaboration d'un jeu de pondération qui permet d'exprimer les résultats observés à l'échelle du parc de 29,7 millions de résidences principales en France métropolitaine continentale.

Sur les 92 pesticides recherchés, cinq d'entre eux n'ont jamais été détectés dans les logements (brodifacoum, dichlorvos, fénarimol, flumétraline et triallate). Treize pesticides sont détectés dans plus de 90 % des logements (et également quantifiés dans plus de 70 % d'entre eux) :

- 5 fongicides (boscalid, dicloran, difénoconazole, propiconazole, tébuconazole) ;
- 2 herbicides (glyphosate et terbutryne) ;
- 4 insecticides (acétamipride, cyperméthrine, imidaclopride, et perméthrine)
- 2 insectifuges (DEET et icaridine).

Quatre autres substances sont quantifiées dans plus de 50 % des logements : fipronil, lindane, pyriproxyfène et transfluthrine. Le fongicide le plus couramment détecté dans les poussières est le difénoconazole détecté dans plus de 99,7 % des logements. Pour les herbicides, c'est la terbutryne qui est la substance la plus fréquente (97 % des logements). L'imidaclopride est

l'insecticide le plus fréquemment observé avec une présence systématique dans les logements. Vingt-deux pesticides ne sont que très rarement détectés (dans moins de 5 % des logements).

Quatre pesticides présentent une concentration médiane supérieure à 100 ng/g (glyphosate, cyperméthrine et butoxyde de pipéronyle (PBO) voire supérieure à 1 000 ng/g (perméthrine). Pour 8 pesticides, la concentration dans les poussières dépasse 1 000 ng/g dans au moins 5 % des logements (perméthrine, imidaclopride, glyphosate, cyperméthrine, PBO, fipronil, icaridine et pyriproxyfène).

Pour près de 98 % des logements, la concentration d'au moins un pesticide est jugée élevée (sur la base du dépassement du 75^{ème} centile). Aucun logement ne présente des concentrations faibles pour l'ensemble des pesticides recherchés. Six logements (1 % du parc) montrent des concentrations faibles pour 90 % des pesticides recherchés.

De fortes corrélations sont observées entre les concentrations de pesticides dans les poussières. Trois groupes de pesticides se distinguent particulièrement :

- Trois herbicides : prosulfocarbe, pendiméthaline et propyzamide ;
- Deux fongicides : propiconazole et tébuconazole ;
- Trois autres fongicides : boscalid, difénoconazole et fluopyram.

Certaines caractéristiques de collecte des échantillons de poussières montrent une association avec la fréquence de détection ou les niveaux de concentration en pesticides. Le type d'échantillon (sac aspirateur ou poussières libres) est ainsi associé à la concentration en cyperméthrine. La carbétamide, l'oxadiazon et le triticonazole affichent une fréquence de détection plus élevée dans les échantillons réceptionnés à température ambiante. Inversement, la fréquence de détection de la pendiméthaline est plus importante pour les échantillons de poussières réceptionnés frais. La cyfluthrine semble associée à des échantillons dont l'état à réception n'était pas conforme. La concentration en difénoconazole est plus faible dans les échantillons ayant collecté également de la poussière hors du volume habitable (y compris cendres, poussières de travaux et déversements accidentels). Ces variables doivent donc être prises en compte dans l'interprétation des résultats liés à ces pesticides ou bien exclure les échantillons correspondants si cela met en doute la qualité des données.

Des premiers croisements des concentrations mesurées avec certaines caractéristiques des logements ou des foyers ont mis en évidence une association entre le type de logement et les niveaux de concentrations dans l'air de certains pesticides (acétamipride, boscalid, dichlorprop-P, glyphosate et propiconazole). Le glyphosate est le seul pesticide significativement associé à la proximité d'une zone de culture ou de l'usage d'un produit pesticide à l'extérieur sur l'année écoulée. Le fipronil et la perméthrine sont les deux seuls pesticides positivement associés à l'usage de produits pesticides à l'intérieur sur l'année écoulée. Le croisement avec les données d'usage de produits durant la semaine n'ont pas fait ressortir d'associations significatives. Ces premières observations restent indicatives et nécessitent d'être approfondies par une démarche faisant intervenir plusieurs facteurs. Les associations observées sont d'ordre statistiques sans avoir forcément un lien de causalité.

Une comparaison des concentrations de 12 pesticides mesurés dans les poussières et en commun avec l'étude ECOS-POUSS a été réalisée. Cette campagne de mesure, pour laquelle 145 échantillons de poussières valides ont pu être collectées, est représentative de 3,6 millions

de foyers avec enfants de 6 mois à 6 ans en France métropolitaine. Les différences observées concernent la cyperméthrine plus souvent détectée et avec une concentration en général plus importante dans PestiLoge et à l'inverse 7 autres pesticides moins souvent détectées et à des concentrations globalement plus faibles par rapport à ECOS-POUSS (chlorpyrifos-éthyl, cyfluthrine, deltaméthrine, dieldrine, lindane, oxadiazon et diazinon). La perméthrine est détectée dans la quasi-totalité des logements dans les deux campagnes, mais avec un niveau de concentration globalement plus faible dans PestiLoge.

Ces données de concentrations en pesticides dans les poussières n'ont pas été intégrées au rapport individuel transmis à chacun des participants à l'issue de la campagne. Ces données validées n'étaient en effet pas disponibles au moment de l'envoi des rapports individuels. Il n'est pas prévu de transmettre ces éléments complémentaires aux participants.

Les pistes d'exploitation de ces données sont nombreuses, notamment :

- **Une étude plus approfondie du lien entre la proximité d'une zone de culture selon son type avec les concentrations de pesticides mesurés dans les poussières :** le type de culture serait renseigné de manière plus détaillée selon l'occupation des sols à proximité des bâtiments enquêtés et serait croisé avec les données mesurées ;
- **Une exploitation plus poussée des liens entre les concentrations de pesticides dans les poussières et les caractéristiques des logements, des foyers et de leurs usages ;**
- **Une exploitation détaillée de possibles tendances saisonnières observées dans les concentrations de pesticides dans les poussières en lien avec celles observées dans l'air ambiant et les calendriers de traitement ;**
- **Une étude des liens entre l'usage réglementaire des substances et les niveaux de concentration observés dans les poussières.** L'Anses a mis à disposition à cet égard des informations relatives au statut réglementaire en date du 1^{er} janvier 2024, des usages phytopharmaceutiques, biocides et vétérinaires ;
- **Une classification des logements par niveau de co-occurrence des pesticides dans les poussières de logements** (multipollution en pesticides des logements) avec description des groupes identifiées selon les caractéristiques de ces logements et des usages de produits pesticides ;
- **Une recherche des associations entre les niveaux mesurés pour un même pesticide à la fois dans l'air et dans les poussières.** Ces associations seront forcément limitées aux pesticides les plus détectés à la fois dans l'air et dans les poussières.

13. REFERENCES

- ANSES (2019), Exposition aux poussières sédimentées dans les environnements intérieurs, Rapport d'expertise collective, décembre 2019, 170 p. (<https://www.anses.fr/fr/system/files/AIR2017SA0192Ra.pdf>)
- Blanchard O., Glorennec P., Mercier F., Bonvallot N., Chevrier C., Ramalho O., Mandin C., Le Bot B. (2014), Semivolatile organic compounds in indoor air and settled dust in 30 French dwellings, *Environ. Sci. Technol.*, 48, 3959–3969. <https://doi.org/10.1021/es405269q>.
- Blanchard O., Mercier F., Ramalho O., Mandin C., Le Bot B., Glorennec P. (2014b), Measurements of semi-volatile organic compounds in settled dust: influence of storage temperature and duration, *Indoor Air*, 24, 125–135. <https://doi.org/10.1111/ina.12066>.
- Dassonville C., Grégoire A., Sutharsini S., Achille J., Berthineau B., Cochet V., Derbez M., Lucas J.P., Malingre L., Ramalho O., Ribéron J., Rousselle D., Wei W., Wyart G., Mandin C. (2020), Qualité de l'air intérieur dans les écoles en France, Campagne nationale écoles (2013-2017), Rapport CSTB-OQAI / 2018-125, 178 p.
- Dassonville C., Grégoire A., Sutharsini S., Berthineau B., Derbez M., Ramalho O., Ribéron J., Mandin C. (2018), Indoor air quality in French schools: a nationwide study (2013-2017), *Indoor Air 2018 - 15th Conf. Int. Soc. Indoor Air Qual. Clim. (ISIAQ)*, 2018 July 22-27, Paper ID: 619.
- Deroyon, T. (2017). *La correction de la non-réponse par repondération*.
- Dunn, O. J. (1961). Multiple Comparisons among Means. *Journal of the American Statistical Association*, 56(293), 52-64. <https://doi.org/10.1080/01621459.1961.10482090>
- Glorennec P, Lucas JP, Etchevers A, Oulhote Y, Mandin C, Poupon J, Le Strat Y, Bretin P, Douay F, Le Bot B, Le Tertre A. (2015) Exposition au plomb des enfants dans leur logement. Projet Plomb-Habitat (2008-2014) : principaux résultats, retombées et perspectives. *Environ Risque Santé* 2015, 14, 28-37. <http://dx.doi.org/10.1684/ers.2014.0751>.
- Glorennec P., Lucas J.P., Mandin C., Barbara Le Bot (2012), French children's exposure to metals via ingestion of indoor dust, outdoor playground dust and soil: Contamination data, *Environment International*, 45, 129-134, <https://doi.org/10.1016/j.envint.2012.04.010>.
- INERIS (2017), POPEYE – Résultats d'analyse de pesticides dans les poussières collectées chez les particuliers avec un aspirateur, rapport d'étude Ineris-DRC-17-139159-00532A, 22 p.
- Kruskal, W. H., & Wallis, W. A. (1952). Use of Ranks in One-Criterion Variance Analysis. *Journal of the American Statistical Association*, 47(260), 583-621. <https://doi.org/10.1080/01621459.1952.10483441>
- Le Bot B. Raffy G., Ramalho O., Mandin C., Chaumet F., Surget E. (2021), projet PestiDust - Etude de faisabilité pour la mesure de produits phytopharmaceutiques (ppp) dans des échantillons de poussières, convention de recherche et développement (CRD) Anses / CSTB / Ehesp n° 2019-crd-02-ppv19, rapport final, novembre 2021, 141 p.
- Leduc, A., Deroyon, T., Rochereau, T., & Renaud, A. (2021). *Premiers résultats de l'enquête santé européenne (EHIS) 2019*.

Lee Y. H., Kim H. H., Lee J. I., Lee J. H., Kang H., Lee J. Y. (2018) – Indoor contamination from pesticides used for outdoor insect control – Science of the Total Environment 625 (2018) 994–1002. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.01.010>.

Li Z., Zheng N., Ana Q., Suna S., Zhang W., Ji Y., Wang S., Li P. (2022), Impact of Environmental Factors and Bacterial Interactions on Dust Mite Allergens in Different Indoor Dust, Science of the Total Environment, 844 (2022) 157177, <http://dx.doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.157177>.

Mandin C., Mercier F., Lucas J.-P., Ramalho O., Blanchard O., Bonvallot N., Raffy G., Gilles E., Glorennec P., Le Bot B., ECOS-POUSS: a nationwide survey of semi-volatile organic compounds in home settled dust, Indoor Air 2014 - 13th Conf. Int. Soc. Indoor Air Qual. Clim. (ISIAQ), 2014 Hong Kong, 2014 July 7-12, Paper ID: HP1015. (www.isiaq.org/docs/paper/HP1015.pdf)

Mercier F., Gilles E., Saramito G., Glorennec P., Le Bot B. (2014), A multi-residue method for the simultaneous analysis in indoor dust of several classes of semivolatile organic compounds by pressurized liquid extraction and gas chromatography/tandem mass spectrometry, J. Chromatogr. A, 1336, 101–111. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2014.02.004>.

Mercier F., Gilles E., Soulard P., Mandin C., Dassonville C., Le Bot B. (2020), On-line coupling of thermal extraction with gas chromatography / tandem mass spectrometry for the analysis of semivolatile organic compounds in a few milligrams of indoor dust, J. Chrom. A, 1615, 460768. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2019.460768>.

Raffy G., Mercier F., Blanchard O., Derbez M., Dassonville C., Bonvallot N., Glorennec P., Le Bot B. (2017), Semi-volatile organic compounds in the air and dust of 30 French schools, Indoor Air, 27, 114-127. <https://doi.org/10.1111/ina.12288>.

Ramalho O., Dassonville C., Gregoire A., Sivanantham S., Lafaurie E., Rueda Lopez M.J., Bonnet P., Desvignes V., Samri D. (2025). Campagne Nationale Logements 2 : Etat de la qualité de l'air dans les logements en France métropolitaine (novembre 2020 – février 2023). Partie 1 : COV, COSV, NO₂ et Radon. Rapport final SC-QEI-2024-157, février 2025, 307 pages.

Ramalho O., Dassonville C., Grégoire A., Sivanantham S., Lafaurie E., Rueda Lopez M.J., Desvignes V., Samri D. (2025b). PestiLoge - Mesure des pesticides dans l'air et les poussières dans le cadre de la campagne nationale logements 2 – Volet Air. Rapport final SC-QEI-2025-038, mars 2025, 137 pages.

Ramalho O., Dassonville C., Schneider I. & Mandin C. (2021). Projet RIVERAINS : étude de faisabilité de la mesure dans les milieux intérieurs des substances actives jugées prioritaires dans le cadre de la future étude sur l'exposition des riverains des zones agricoles aux substances phytopharmaceutiques, Convention de recherche et développement ANSES/CSTB n° 2018-CRD-19_PPV18, Rapport final CSTB-DSC-OBS / 2021-026, mars 2021, 117 p.

Ramalho O., Schneider I., Mandin C. (2020), Projet POPEI : phytopharmaceutiques dans l'environnement intérieur - étude de faisabilité pour la mesure de pesticides dans la campagne nationale logements n° 2 de l'observatoire de la qualité de l'air intérieur (OQAI) et étude de faisabilité de l'analyse de ces substances dans des échantillons prélevés lors de la campagne nationale écoles de l'OQAI, Convention de recherche et développement ANSES/CSTB N° 2017-CRD-16_PPV17, rapport CSTB-DSC-OBS / 2020-213, septembre 2020, 157 p.

Saurat D, Raffy G, Bonvallot N, Monfort C, Fardel O, Glorennec P, Chevrier C, Le Bot B. (2023), Determination of glyphosate and AMPA in indoor settled dust by hydrophilic interaction liquid

chromatography with tandem mass spectrometry and implications for human exposure. J Hazard Mater, 446:130654. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2022.130654>



Siège social
84, avenue Jean Jaurès
Champs-sur-Marne
77447 Marne-la-Vallée cedex 2
www.cstb.fr