

## **Sol-Phy-Ly**

**Evaluation du devenir des produits phytopharmaceutiques en  
plein champ en fonction des pratiques culturales**

**&**

**Evaluation du désherbage mécanique en culture de céréales avec  
ou sans combinaison avec du désherbage chimique pour le  
développement d'une agriculture éco responsable**

## **Rapport d'activités final**

**2018 - 2024**

Ce rapport doit être cité comme suit :

Vandenberghe C., Blondel A., Lacroix C., Lefébure K., Krings B., Bachelart F., Pigeon O., Dumont B., Colinet G., 2024. *Evaluation du devenir des produits phytopharmaceutiques en plein champ en fonction des pratiques culturales & évaluation du désherbage mécanique en culture de céréales avec ou sans combinaison avec du désherbage chimique pour le développement d'une agriculture éco responsable (Sol-Phy-Ly). Rapport d'activités final.* Gembloux Agro-Bio Tech (ULiège) & Centre wallon de Recherches Agronomiques. 518 pages.

## **Contacts**

Gembloux Agro-Bio Tech / Axe Echanges Eau Sol Plante

- Christophe Vandenberghe : [c.vandenberghe@uliege.be](mailto:c.vandenberghe@uliege.be)
- Gilles Colinet : [gilles.collinet@uliege.be](mailto:gilles.collinet@uliege.be)

Gembloux Agro-Bio Tech / Axe Ingénierie des productions végétales et valorisation

- Christophe Lacroix : [christophe.lacroix@uliege.be](mailto:christophe.lacroix@uliege.be)
- Benjamin Dumont : [benjamin.dumont@uliege.be](mailto:benjamin.dumont@uliege.be)

Centre wallon de Recherches agronomiques

- Alodie Blondel : [a.blondel@cra.wallonie.be](mailto:a.blondel@cra.wallonie.be)
- Olivier Pigeon : [o.pigeon@cra.wallonie.be](mailto:o.pigeon@cra.wallonie.be)

## **Table des matières**

<b>1</b>	<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>7</b>
1.1	CONTEXTE « PHYTO-EAU » EN WALLONIE .....	7
1.2	DESCRIPTION DES LYSIMETRES.....	14
1.3	OBJET DE LA CONVENTION DE RECHERCHE .....	15
<b>2</b>	<b>ECHANTILLONNAGES ET ANALYSES DES ÉCHANTILLONS D’EAU ET DE SOL....</b>	<b>17</b>
<b>3</b>	<b>PPP ANALYSES DANS L’EAU ET LE SOL .....</b>	<b>19</b>
<b>4</b>	<b>SUIVI DES PPP DANS LE SOL ET DANS L’EAU.....</b>	<b>21</b>
4.1	INTRODUCTION.....	21
4.2	DISCUSSION.....	24
<b>5</b>	<b>EVALUATION AGRONOMIQUE ET ENVIRONNEMENTALE DE MATIÈRES ACTIVES ALTERNATIVES AU GLYPHOSATE.....</b>	<b>26</b>
5.1	EVALUATION ENVIRONNEMENTALE DU GLYPHOSATE.....	26
5.2	EVALUATION AGRONOMIQUE ET ENVIRONNEMENTALE D’ALTERNATIVES AU GLYPHOSATE .....	27
<b>6</b>	<b>DÉSHERBAGE DES CÉRÉALES.....</b>	<b>28</b>
6.1	INTRODUCTION.....	28
6.2	SENSIBILITE DU DESHERBAGE MECANIQUE AUX CONDITIONS METEOROLOGIQUES.....	28
6.3	EFFET DU STADE DES ADVENTICES SUR LE DESHERBAGE MECANIQUE.....	29
6.4	EFFET DU TYPE D’ADVENTICES SUR L’EFFICACITE DU DESHERBAGE MECANIQUE .....	30
6.5	INTERET DU DESHERBAGE MIXTE.....	30
6.6	CONCLUSION.....	31
<b>7</b>	<b>EFFET DE LA GESTION À LONG TERME DES RÉSIDUS DE CULTURE SUR LA FLORE ADVENTICE.....</b>	<b>33</b>
7.1	INTRODUCTION.....	33
7.2	RESULTATS PRINCIPAUX .....	33
7.3	CONCLUSION .....	33
<b>8</b>	<b>PERSPECTIVES .....</b>	<b>34</b>
<b>9</b>	<b>BIBLIOGRAPHIE.....</b>	<b>35</b>
<b>10</b>	<b>Liste des figures .....</b>	<b>36</b>
<b>11</b>	<b>Liste des tableaux.....</b>	<b>46</b>
<b>12</b>	<b>ANNEXE 1 : ECHANTILLONNAGE.....</b>	<b>48</b>
12.1	ECHANTILLONNAGE DE L’EAU DE PERCOLATION .....	48
12.2	ECHANTILLONNAGE ET CONDITIONNEMENT DES ECHANTILLONS DE SOL .....	48
<b>13</b>	<b>ANNEXE 2 : DEVELOPPEMENT ET VALIDATION DES METHODES ANALYTIQUES UTILISEES AU COURS DE L’ETUDE SOL-PHY-LY.....</b>	<b>49</b>
13.1	CHOIX DES MOLECULES SUIVIES .....	49
13.2	PRINCIPE DE LA VALIDATION D’UNE METHODE D’ANALYSE DE SOL .....	49
13.3	METHODE D’ANALYSE DU GLYPHOSATE ET DE L’AMPA DANS L’EAU ET DANS LE SOL .....	51
13.4	METHODES D’ANALYSES MULTI RESIDUS DANS L’EAU .....	54
13.5	METHODES D’ANALYSE MULTI RESIDUS DANS LE SOL .....	64
<b>14</b>	<b>ANNEXE 3 : SUIVI DES PPP DANS LE SOL ET DANS L’EAU.....</b>	<b>80</b>
14.1	INTRODUCTION.....	80
14.2	ACLONIFEN .....	83
14.3	ATRAZINE.....	87
14.4	AZOXYSTROBINE.....	94

14.5	BENTAZONE .....	102
14.6	BENZOVINDIFLUPYR .....	111
14.7	BIXAFEN.....	117
14.8	BOSCALID.....	125
14.9	CHLORANTRANILIPROLE.....	128
14.10	CHLORIDAZON .....	131
14.11	CHLOROTALONIL.....	143
14.12	CLOMAZONE.....	146
14.13	CLOPYRALIDE .....	154
14.14	CLOQUINTOCET-MEXYL .....	158
14.15	CLOTHIANIDINE .....	163
14.16	CYMOXANIL .....	172
14.17	CYPROCONAZOLE.....	176
14.18	DESMEDIPHAME .....	179
14.19	DIFENOCONAZOLE .....	186
14.20	DIMETHENAMIDE-P.....	195
14.21	EPOXICONAZOLE .....	205
14.22	ETHOFUMESATE .....	215
14.23	FLORASULAM.....	225
14.24	FLUFENACET .....	232
14.25	FLUOPICOLIDE.....	242
14.26	FLUOPYRAM.....	248
14.27	FLUXAPYROXAD .....	252
14.28	HALAUXIFEN-METHYL .....	256
14.29	IMIDACLOPRIDE.....	261
14.30	IODOSULFURON METHYL SODIUM.....	264
14.31	LENACIL .....	271
14.32	LINURON .....	274
14.33	MECOPROP .....	278
14.34	MEFENPYR DIETHYL.....	281
14.35	MEFENTRIFLUCONAZOLE .....	286
14.36	MESOSULFURON METHYL .....	293
14.37	MESOTRIONE.....	300
14.38	METAMITRON.....	305
14.39	METAZACHLORE .....	315
14.40	METOLACHLORE .....	324
14.41	METRIBUZINE.....	335
14.42	METSULFURON METHYL .....	340
14.43	NICOSULFURON.....	349
14.44	PENDIMETHALINE .....	354
14.45	PENFLUFEN.....	359
14.46	PHENMEDIPHAME.....	361
14.47	PIRIMICARB .....	370
14.48	PROCHLORAZ .....	371
14.49	PROPAQUIZAFOP .....	372
14.50	PROPICONAZOLE .....	376
14.51	PROSULFUCARBE.....	384
14.52	PYRACLOSTROBINE.....	389
14.53	PYRAFLUFEN ETHYL.....	397
14.54	PYRIDATE .....	403
14.55	QUINMERAC .....	404
14.56	SULFOXAFLORE.....	406
14.57	TEBUCONAZOLE .....	408
14.58	TERBUTHYLAZINE.....	411
14.59	TRIFLUSULFURON METHYL .....	418

<b>15</b>	<b>ANNEXE 4 : IMPACT DU MODE DE CULTURE SUR LE DEVENIR DES PPP DANS LE SOL</b>	<b>423</b>
15.1	INTRODUCTION.....	423
15.2	RESULTATS ET DISCUSSION.....	424
<b>16</b>	<b>ANNEXE 5 : EVALUATION DU GLYPHOSATE ET DE SES ALTERNATIVES.....</b>	<b>427</b>
16.1	INTRODUCTION.....	427
16.2	EVALUATION ENVIRONNEMENTALE DU GLYPHOSATE.....	427
16.3	RECHERCHE D'ALTERNATIVES AU GLYPHOSATE – EXPERIMENTATION 2021.....	430
16.4	RECHERCHE D'ALTERNATIVES AU GLYPHOSATE – EXPERIMENTATION 2023.....	432
16.5	CONCLUSIONS .....	437
<b>17</b>	<b>ANNEXE 6 : EVALUATION DU DÉSHÉRBAGE MÉCANIQUE EN CULTURE DE CÉRÉALES AVEC OU SANS COMBINAISON AVEC DU DÉSHÉRBAGE CHIMIQUE – ANNÉES 2019 ET 2020.....</b>	<b>438</b>
17.1	DISPOSITIF EXPERIMENTAL .....	438
17.2	OBSERVATIONS .....	439
17.3	RESULTATS DE L'ANNEE CULTURALE 2018-2019.....	440
17.4	RESULTATS DE L'ANNEE CULTURALE 2019-2020.....	452
17.5	DISCUSSIONS.....	457
17.6	PERSPECTIVE.....	457
<b>18</b>	<b>ANNEXE 7 : EVALUATION DU DÉSHÉRBAGE MÉCANIQUE EN CULTURE DE CÉRÉALES AVEC OU SANS COMBINAISON AVEC DU DÉSHÉRBAGE CHIMIQUE – ANNÉES 2021 ET 2022.....</b>	<b>458</b>
18.1	DISPOSITIF EXPERIMENTAL .....	458
18.2	OBSERVATIONS .....	460
18.3	RESULTATS DE L'ANNEE CULTURALE 2020-2021 .....	462
18.4	RESULTATS DE L'ANNEE CULTURALE 2021-2022.....	473
18.5	DISCUSSION.....	484
18.6	CONCLUSION.....	486
<b>19</b>	<b>ANNEXE 8 : EVALUATION DU DESHERBAGE MECANIQUE EN CULTURE DE CEREALES AVEC OU SANS COMBINAISON AVEC DU DESHERBAGE CHIMIQUE – ANNEE 2023.....</b>	<b>488</b>
19.1	DISPOSITIF EXPERIMENTAL .....	488
19.2	OBSERVATIONS .....	490
19.3	RESULTATS.....	490
19.4	DISCUSSION.....	502
19.5	CONCLUSION.....	504
<b>20</b>	<b>ANNEXE 9 : SUIVI DE LA FLORE D'ADVENTICES DE SOL RÉSIDUS .....</b>	<b>505</b>
20.1	DISPOSITIF EXPERIMENTAL .....	505
20.2	OBSERVATIONS .....	505
20.3	RESULTATS.....	506
20.4	DISCUSSION.....	511
<b>21</b>	<b>ANNEXE 10 : DIFFUSION DES ENSEIGNEMENTS DE CETTE CONVENTION DE RECHERCHE.....</b>	<b>512</b>
21.1	LIVRE BLANC .....	512
21.2	PHLOEME.....	512
21.3	JOURNEES PROTECT'EAU .....	513
21.4	CONGRES D'ATHENES.....	513
21.5	ARTICLE UNDER-REVIEW WEED RESEARCH.....	514
21.6	ARTICLE SCIENTIFIQUE <i>AGRICULTURE, ECOSYSTEMS AND ENVIRONMENT</i> .....	514



21.7	THESE DE DOCTORAT .....	515
21.8	CONGRES DU GROUPE FRANÇAIS DE RECHERCHE SUR LES PESTICIDES .....	517

# 1 Introduction

## 1.1 Contexte « phyto-eau » en Wallonie

Depuis 1998, l'eau destinée à la distribution publique qu'elle soit de surface ou souterraine fait l'objet d'un suivi régulier afin de vérifier sa potabilité (Directive 2020/2184). Des concentrations maximales sont fixées<sup>1</sup> par substance (100 ng.L<sup>-1</sup>) et pour le total des substances (500 ng.L<sup>-1</sup>). Les seuils de non-potabilité sont 10 à 100 fois inférieurs aux limites fixées par l'OMS<sup>2</sup>.

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

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

- 200 points d'observation dans des captages (suivis par les producteurs d'eau) et
- 200 points d'observation dits 'patrimoniaux' (piézomètres, puits privés, sources) situés dans des régions peu aquifères ; ces derniers étant suivis par l'ISSeP<sup>3</sup>.

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

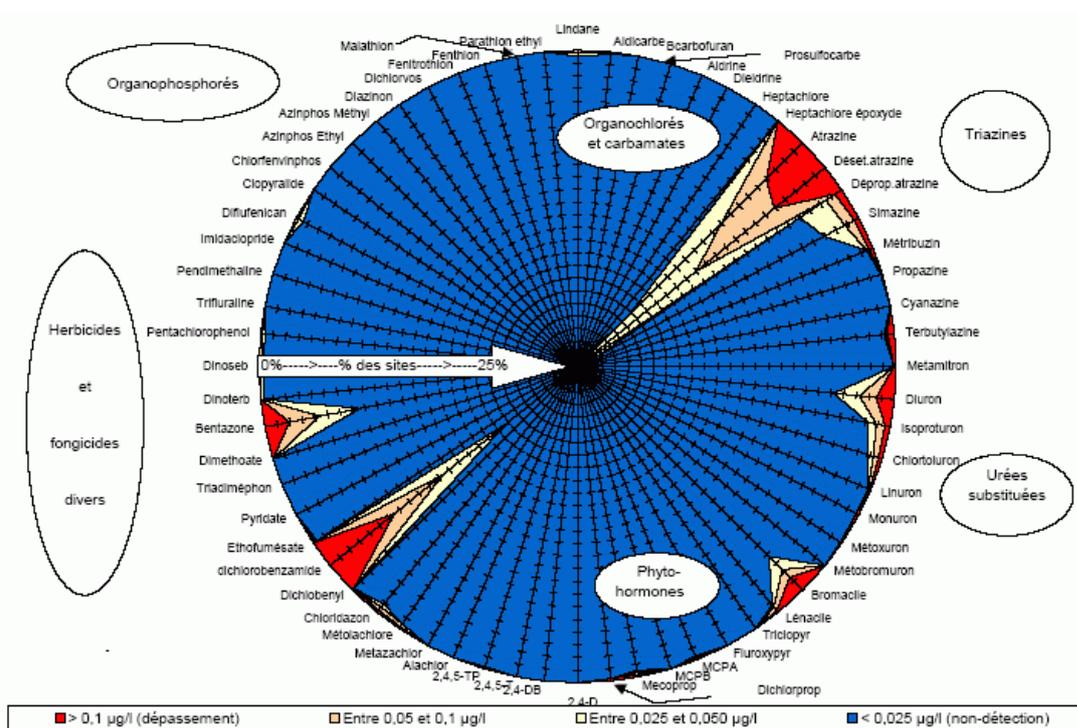


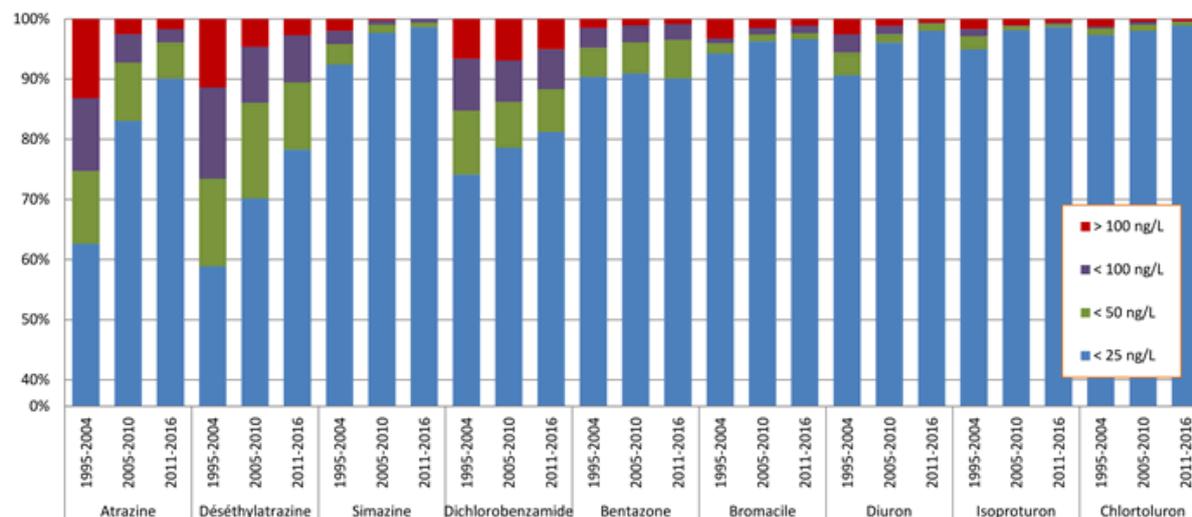
Figure 1. Teneurs en pesticides dans les eaux souterraines (réseau DCE et additionnel) (source : <http://environnement.wallonie.be/frameset.cfm?page=http://environnement.wallonie.be/de/eso/atlas/> Etat

<sup>1</sup> Directives 98/33/CE et 2020/2184

<sup>2</sup> Organisation Mondiale de la Santé

<sup>3</sup> Institut Scientifique de Service Public

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



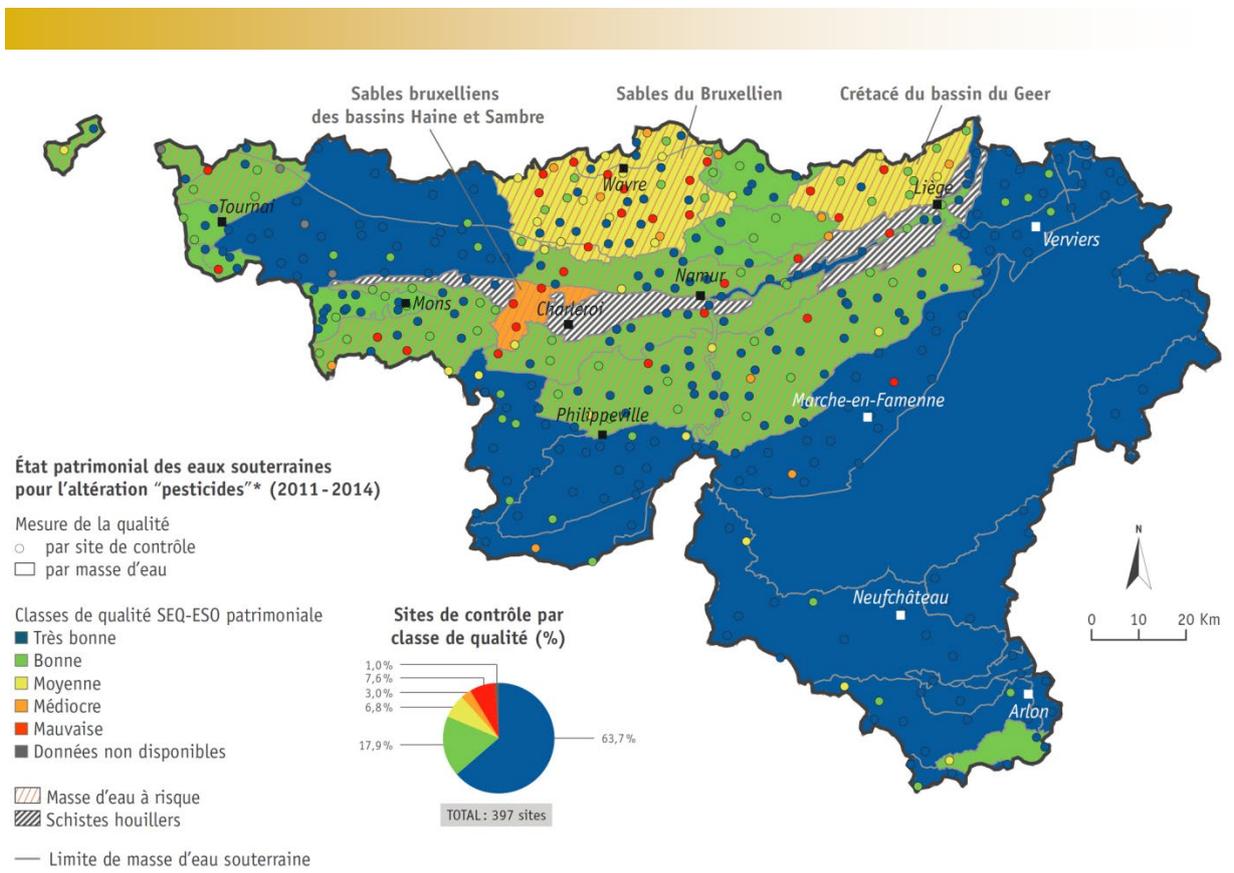
**Figure 2. Distribution des maxima observés par prise d'eau lors de trois périodes consécutives (source : SPW (2024). Etat des nappes d'eau souterraine de Wallonie. Edition : Service public de Wallonie, Belgique. Dépôt légal D/2019/11802/08)**

Une cartographie de l'état des masses d'eau souterraine est réalisée sur base du suivi de 18 PPP ou métabolites de PPP<sup>4</sup>. Parmi ces 18 molécules, seuls sont autorisés ou étaient autorisés entre 2018 et 2024 :

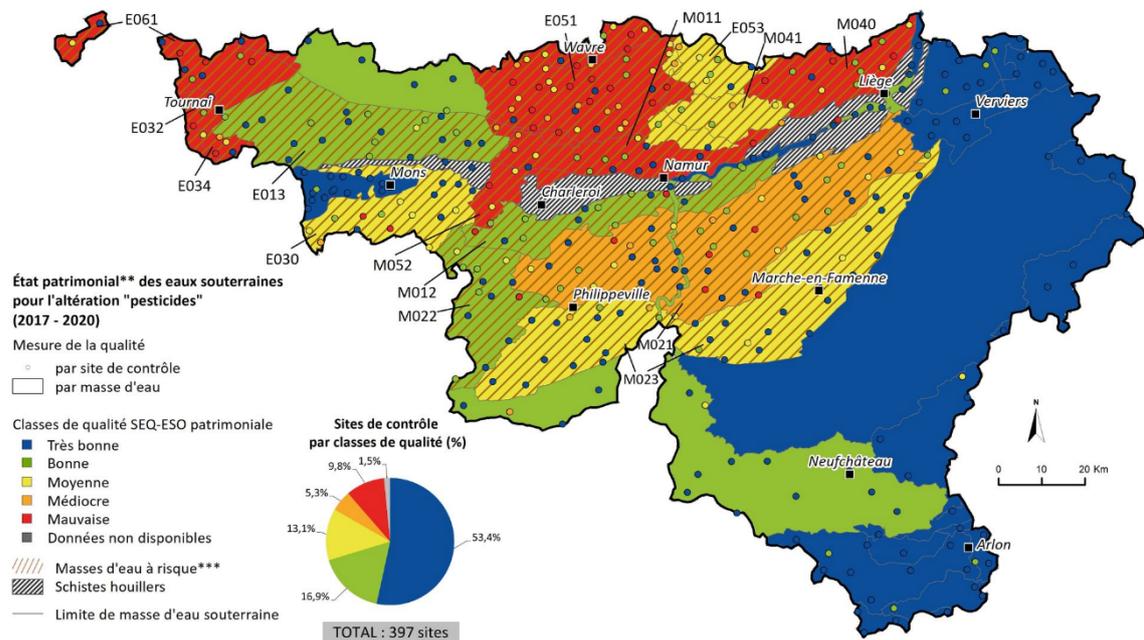
1. le chlortoluron (la matière active et son métabolite sont respectivement responsables de 1% et 2,6% des observations qualifiées de moyenne à mauvaise ; non commercialisé depuis le 31/10/23),
2. la bentazone (responsables de 8,8 % des observations qualifiées de moyenne à mauvaise ; interdite depuis 2024 en zone de prévention de captage),
3. le metazachlore (dont le métabolite est responsable de 7,3 % des observations qualifiées de moyenne à mauvaise),
4. la terbuthylazine (responsable de 0,5% des observations qualifiées de moyenne à mauvaise),
5. la metribuzine, le 2,4 D et le MCPA (aucune observation qualifiée de moyenne à mauvaise).

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

<sup>4</sup> Atrazine, déséthylatrazine, simazine, diuron, isoproturon, chlortoluron, bromacile, bentazone et 2,6-dichlorobenzamide (BAM), Desphénylchloridazon (MET-B), chlorothalonil SA (VIS-01), métazachlore ESA (BH479-8), métolachlore ESA (CGA354743), métribuzin, terbuthylazine, déisopropylatrazine, 2,4-dichlorophénoxyacétate (2,4 D), 2-méthyl,4-chlorophénoxyacétate (MCPA)



**Impact des pesticides\* sur la qualité des eaux souterraines en Wallonie**



\* 18 pesticides considérés. Le terme "pesticides" est utilisé indifféremment pour désigner les substances actives, leurs métabolites, leurs produits de dégradation et leurs produits de réaction.  
 \*\* L'état patrimonial exprime le degré de dégradation de l'eau par rapport à un état quasi naturel, sans référence à un usage quelconque.  
 \*\*\* Les masses d'eau à risque sont celles qui risquent de ne pas atteindre l'objectif de bon état requis par la directive-cadre sur l'eau (DCE) 2000/60/CE à l'horizon 2027, en raison soit de concentrations en pesticides élevées, soit d'une tendance à la hausse des concentrations en pesticides : E061 Sables du Thanétien des Flandres, E032 Craies de la vallée de la Deûle, E034 Sables du Thanétien de Rumes-Brunehaut, E013 Calcaires de Péruwelz-Ath-Soignies, E030 Craies du bassin de la Haine, M022 Calcaires et Grès dévoniens du bassin de la Sambre, M052 Sables bruxelliens des bassins Haine et Sambre, E051 Sables du Bruxellien, M012 Calcaires du bassin de la Meuse bord Sud, M011 Calcaires du bassin de la Meuse bord Nord, M021 Calcaires et Grès du Condroz, M041 Sables et Craies du bassin de la Meuse, E053 Sables du Landénien (Est), M040 Crétacé du bassin du Geer et M023 Calcaires et Grès de la Caestienne et de la Famenne REEW - Source : SPW ARNE - DEE (base de données CALYPSO) © SPW - 2022

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

Ces dernières années, l'attention s'est également portée sur les métabolites<sup>5</sup> de plusieurs substances actives (chloridazon, chlorothalonil, S-métolachlore, métazachlore et glyphosate). Il a ainsi été constaté que certains métabolites pouvaient être présents en plus grandes quantités dans les eaux souterraines que leur substance active 'mère', à l'exemple du chloridazon (tableau 1).

**Tableau 1. Concentration moyenne (ng.L<sup>-1</sup>) de métabolites et de substances actives dans les eaux souterraines (2017).**

Molécule	Moyenne points patrimoniaux (33)	Moyenne captages d'eau (77)
chloridazon	3	0
<i>desphenylchloridazon</i>	2393	1934
<i>methyl</i> desphenylchloridazon	285	162
<i>chlorothalonil SA (VIS01)</i>	112	85
<i>metolachlore ESA</i>	55	66
<i>metolachlore OA</i>	2	0
<i>metazachlore ESA</i>	22	13
<i>metazachlore OA</i>	18	4
glyphosate	3	0
AMPA	10	3

Source : SPW (communication F. Delloye)

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

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

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

En ce qui concerne les usages, la discussion qui suit s'appuie sur les résultats d'une étude<sup>6</sup> menée en 2023 par CORDER asbl, le SPW-ARNE et DEE & DEMNA.

<sup>5</sup> Desphenylchloridazon et methyl-desphenylchloridazon sont des métabolites du chloridazon

Chlorothalonil SA est un métabolite du chlorothalonil

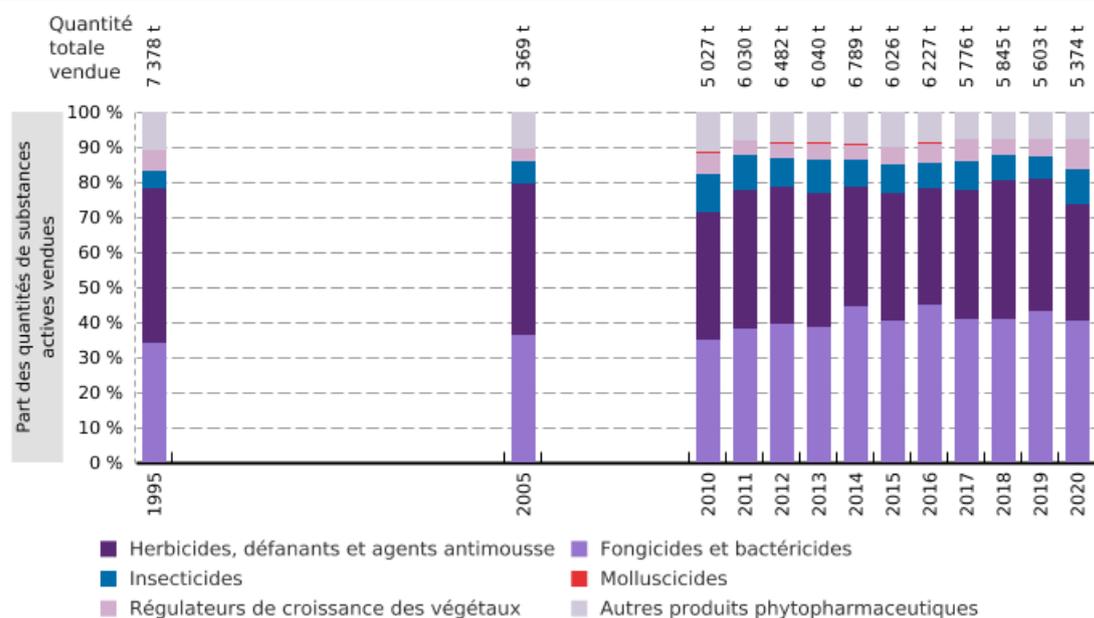
Metolachlore ESA et OA sont des métabolites du metolachlore et S-metolachlore

Metazachlore ESA et OA sont de métabolites du metazachlore

AMPA est un métabolite du glyphosate

<sup>6</sup> Estimation quantitative des utilisations de produits phytopharmaceutiques par les différents secteurs d'activité. Projet financé par le SPW – DGO3.

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



\* Agriculteurs, entrepreneurs de parcs et jardins, gestionnaires des infrastructures ferroviaires, gestionnaires des espaces publics...

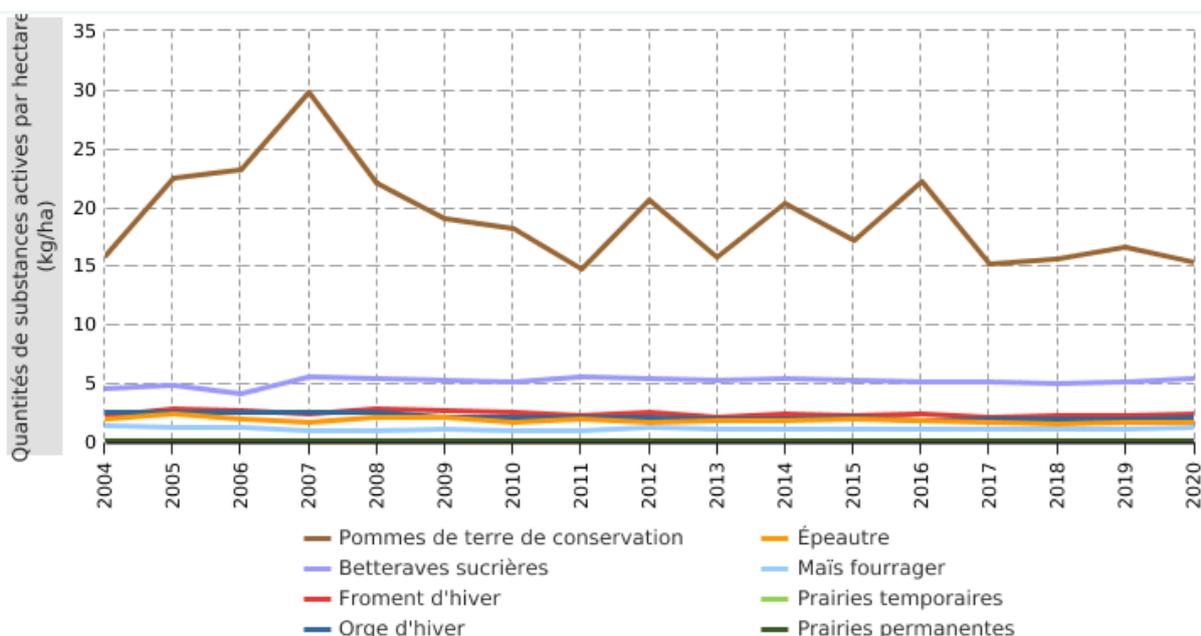
REEW - Sources : CORDER ASBL ; SPW ARNE - DEE & DEMNA

© SPW - 2023

**Figure 4. Evolution des quantités totales de substances actives vendues en Belgique pour les utilisateurs professionnels par grand groupe de substances actives, de 1995 à 2020.**

A l'échelle de la région wallonne, les auteurs se sont appuyés sur les données de la DAEA<sup>7</sup> collectées annuellement dans un peu plus de 400 exploitations agricoles ou horticolas. L'examen des factures d'achat révèle que les quantités les plus importantes sont destinées au froment, à la pomme de terre, à la betterave et aux vergers de basses tiges (figure 5).

<sup>7</sup> Direction de l'Analyse Economique Agricole - SPW



Extrapolation à l'échelle de la Wallonie à partir des données du réseau d'information comptable agricole du SPW ARNE - DEMNA pour 15 cultures.

EEW - Sources : CORDER ASBL ; SPW ARNE - DEE & DEMNA ; Statbel (Office belge de statistique)

© SPW - 2023

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

En exprimant ces quantités par unité de surface (hectare), à l'échelle de la région wallonne, il apparaît que la pomme de terre est la culture la plus consommatrice de pesticides (essentiellement fongicides). Par la fréquence des désherbages, la betterave sucrière occupe la deuxième place de ce classement (tableau 2).

Bien que ne représentant qu'un peu plus d'un dixième de la superficie agricole, ces deux cultures reçoivent plus de la moitié des quelques 1.400 tonnes de pesticides épanchés en Wallonie en 2015.

**Tableau 2. Extrapolation de la quantité de substances actives appliquées (kg.ha<sup>-1</sup>) par type de culture à l'échelle de la Wallonie (2015).**

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

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

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

**Tableau 3. Vente nationale de quelques substances actives (tonnes.an<sup>-1</sup>).**

Substance active	1995	2005	2010	2015
<b>Atrazine</b>	184	0	0	0
<b>Bentazone</b>	86	62	19	22
<b>Bromacile</b>	4	0	0	0
Chloridazon	225	105	53	60
<b>Dichlobénil</b>	13	40	0	0
<b>Diuron</b> (non agricole)	202	25	0	0
Flufenacet	0	21	62	58
Glyphosate	322	826	382	471
<b>Isoproturon</b>	280	113	86	66
Mancozèbe	660	1.205	672	788

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

La lecture de ce tableau indique que :

- fin des années ’90, le mancozèbe, substance active la plus utilisée en pomme de terre<sup>8</sup> et le glyphosate (dans l’actualité ces dernières années) sont deux fois plus utilisés que les substances actives problématiques pour les eaux souterraines sans être observés dans les eaux souterraines.
- même utilisées en ‘petite’ quantité (quelques tonnes par an) jusqu’à leur interdiction d’usage à la fin des années ’90 - début des années 2000, le bromacile et le dichlobénil sont aujourd’hui encore bien présents (substance active ou métabolites) dans les eaux souterraines.
- à l’exemple du flufenacet, de nouvelles substances actives sont mises sur le marché et sont, en 2015, utilisées dans des quantités équivalentes à des molécules problématiques telles que le chloridazon.

Ces commentaires mettent en évidence l’intérêt du lysimètre pour pouvoir anticiper une éventuelle contamination similaire à l’atrazine.

<sup>8</sup> <http://etat.environnement.wallonie.be/contents/indicatorsheets/AGRI%206.html>

## 1.2 Description des lysimètres

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

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

Le tableau 4 explicite la spécificité de chaque parcelle équipée d'un lysimètre à Gembloux.

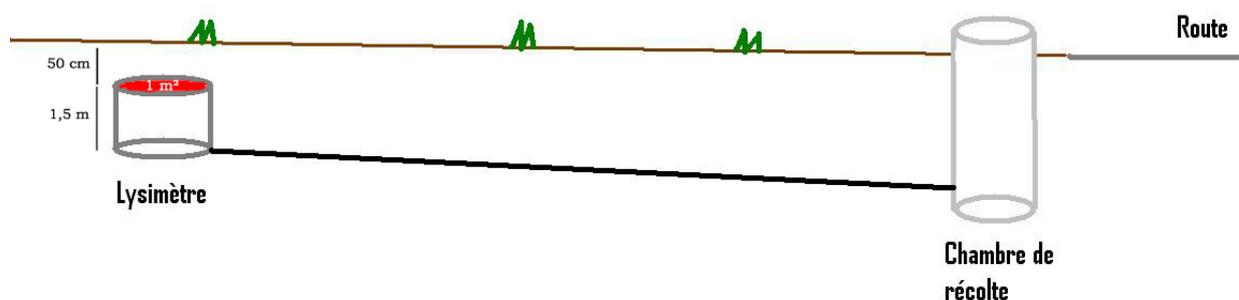
**Tableau 4. Descriptif de gestion du travail du sol et des résidus de culture sur les parcelles de Gembloux**

	Non labour	Labour
Enfouissement des résidus de culture (paille)	SR12	SR16
Exportation des résidus de culture (paille)	SR4	SR8

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

Les lysimètres installés en Hesbaye et sur une parcelle de la ferme expérimentale de Gembloux Agro-Bio Tech sont des tonneaux d'un mètre carré de section et de 1,5 m de hauteur, remplis de terre et drainés à leur base. Chaque tonneau est placé à deux mètres de profondeur, en pleine parcelle et relié à une chambre de récolte dans laquelle se trouve un réservoir qui collecte l'eau de drainage (figure 6).

Ces huit lysimètres sont placés dans un contexte pédologique de limon profond naturellement bien drainé sur des parcelles présentant une pente quasi nulle.



**Figure 6. Schéma d'un lysimètre.**

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

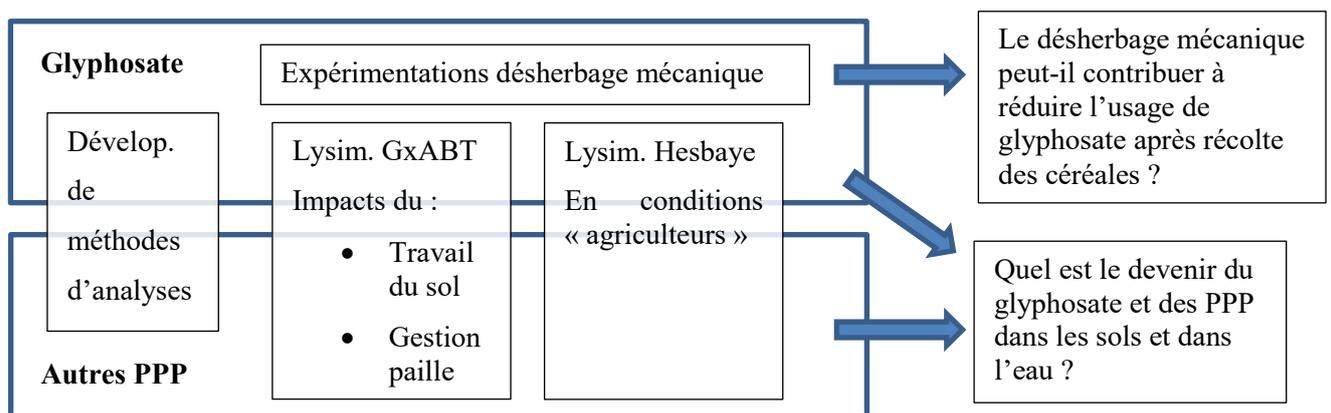
- la collecte des eaux de percolation à deux mètres de profondeur permet d'anticiper l'impact de l'usage d'une substance active sur la qualité des eaux et ainsi de prendre les éventuelles mesures correctives ;
- le fait d'observer à l'échelle parcellaire permet de réaliser un bilan de masse (quantité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

### 1.3 Objet de la convention de recherche

Ce projet de recherche a contribué à :

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

Le schéma suivant illustre les moyens mis en œuvre pour répondre à ces questions (figure 7).



**Figure 7. Moyens mis en œuvre pour répondre aux besoins de l'étude.**

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

- GxABT – *Axe Echanges Eau Sol Plante* qui dispose d'une expertise en cartographie, analyse des sols et gestion de lysimètres;
- CRA-W – *Unité 'Produits de protection, de contrôle et résidus' (UI0)* qui dispose d'une expertise en développement et validation de méthodes et analyses de PPP;
- GxABT - *Axe Ingénierie des productions végétales et valorisation* qui dispose d'une expertise dans l'usage des PPP et la gestion de sites expérimentaux.

La complémentarité des partenaires impliqués dans ce programme ont constitué un atout pour une réelle transversalité et co-construction des travaux de recherche et des recommandations.

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

La diffusion des résultats de cette recherche via cette Structure a été réalisée :

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

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

Enfin, la diffusion à destination d'un public scientifique a été également menée via des présentations dans des colloques et des publications dans des revues scientifiques.

Ces aspects de diffusion sont développés de manière plus complète au § 21 (Annexe 10 : Diffusion des enseignements de cette convention de recherche).

## 2 Echantillonnages et analyses des échantillons d'eau et de sol

Les échantillons de sol ont été prélevés à l'aide d'une gouge semi-circulaire. Douze carottes ont été prélevées par horizon de sol pour composer un échantillon composite.

L'eau de percolation des lysimètres s'écoule et est stockée dans un ou plusieurs bidons en polyéthylène haute densité.

Les prélèvements d'eau et de sol ainsi que le tamisage des sols ont été effectués par GxABT.

Pour l'analyse des échantillons prélevés, plusieurs méthodes ont été développées (tableau 5). Dans le cadre de cette étude, 11 méthodes ont été développées combinant chacune une méthode d'extraction et une méthode analytique par chromatographie en phase liquide à ultra haute performance couplée à la spectrométrie de masse (LC-HRMS), sept méthodes dans les sols et quatre dans l'eau. Les méthodes d'analyse ont été validées quant à leur spécificité, linéarité de la réponse chromatographique, justesse, précision, limite de quantification (LOQ) et stabilité des pesticides en solution. Le temps que met l'appareil analytique pour réaliser une injection varie entre 18 et 25 minutes selon la méthode. Chaque échantillon et solution de calibration d'une séquence analytique sont injectés deux fois. Une séquence complète de 25 prélèvements dure jusqu'à 35 heures. Les temps d'analyse et de calcul des résultats sont donc très élevés.

**Tableau 5. Méthodes utilisées pour l'analyse des molécules ciblées dans l'étude.**

	Glyphosate / AMPA		Multi résidus 1		Bentazone		Herbicides 2021	SDHI	Herbicides 2023	Multi résidus 2	
	2018 à 06/2020		2018 à 05/2022		2018 à 2024		03/2021 à 05/2021	01/2021 à 05/2022	02/2023 à 05/2023	Depuis 05/2022	
Appareil	Eau	Sol	Eau	Sol	Eau	Sol	Sol	Sol	Sol	Eau	Sol
LC MS/MS WATERS				X							
LC MS/MS ABSciex	X	X					X				
LC HRMS ABSciex			X		X	X		X	X	X	X

Toutes méthodes confondues, un total de 60 molécules ont été recherchées dans le sol et de 83 molécules ont été suivies dans l'eau.

Le tableau 6 et le tableau 7 illustrent le nombre d'analyses effectuées par le CRA-W au cours de l'étude dans les deux matrices.

**Tableau 6. Nombre d'analyses de sol réalisées par le CRA-W.**

<b>SOL</b>	<b>Glyphosate</b>	<b>Multi résidus 1</b>	<b>Bentazone</b>	<b>Herbicides 2021*</b>	<b>SDHI</b>	<b>Multi résidus 2</b>	<b>Herbicides 2023**</b>	
05/2018-05/2019	178	27						
05/2019-05/2020	96	135	267					
05/2020-05/2021		264		95	273			
05/2021-05/2022		188			188			
05/2022-05/2023						327	172	
05/2023-05/2024			176			272		<b>Total</b>
<b>Total</b>	274	614	443	95	461	599	172	<b>2658</b>

\* : fluroxypyr et propaquizafop

\*\* : cloquintocet mexyl; florasulam; halauxifen-méthyl; metsulfuron-méthyl; propaquizafop; pyraflufen-éthyl

**Tableau 7. Nombre d'analyses d'eau réalisées par le CRA-W.**

<b>EAU</b>	<b>Glyphosate</b>	<b>Multi résidus 1</b>	<b>Bentazone*</b>	<b>Multi résidus 2</b>	
05/2018-05/2019	9	9			
05/2019-05/2020	11	58	55		
05/2020-05/2021		55	55		
05/2021-05/2022		71	71	18	
05/2022-06/2023			14	86	
05/2023-05/2024			145	145	<b>Total</b>
<b>Total</b>	20	193	340	248	<b>802</b>

\* : bentazone, metolachlore ESA, metazachlore ESA

### 3 PPP analysés dans l'eau et le sol

Au cours de cette étude, 83 molécules ont été suivies dans l'eau et 60 molécules dans les sols. Certaines ont été suivies 6 ans, d'autres n'ont été suivies que pendant une période (tableau 8 et tableau 9).

**Tableau 8. Liste des molécules suivies dans l'eau au cours de l'étude Sol-Phy-Ly de 2018 à 2024.**

aclonifen	fluopyram	phenmedipham
azoxystrobine	flutolanil	picolinafen
bentazone	fluroxypyr	picoxystrobine
benzovinylflupyr	flurtamone	pirimicarb
bixafen	flutriafol	prochloraz
boscalid	fluxapyroxad	propaquizafop
chlordantranilprole	glyphosate	propiconazole
chloridazon	halauxifen-méthyl	prosulfocarb
chlortoluron	imidacloprid	pydiflumetofen
clomazone	inpyrfluxam	pyraclostrobin
clopyralide	iodosulfuron-méthyl-sodium	pyraflufen-ethyl
cloquintocet-mexyl	isofetamid	pyroxsulam
clothianidine	isoproturon	quinoxifen
cyantranilprole	isopyrazam	quizalofop
cymoxanil	isoxaben	quizalofop-P-ethyl
cyproconazole	mefenpyr-diethyl	sedaxane
cyprodinil	mefentrifluconazole	sulfoxaflor
desmedipham	mesosulfuron méthyl	terbuthylazine
difenoconazole	mesotrione	thiaclopride
diméthamide-P	metamitron	thiaméthoxame
diméthomorph	metazachlor	triflusaluron-méthyl
epoxiconazole	metconazole	2.6-dichlorobenzamide
ethofumesate	metolachlore	AMPA
fenpropidine	metsulfuron-méthyl	desphenyl-chloridazon
florasulam	nicosulfuron	metazachlore ESA
fluazifop-P	pendimethalin	metolachlore ESA
fluazifop-P-butyl	penflufen	métabolite sulfoxaflor XDE-208 Urea
flufenacet	penthioopyrad	

*En gris, les molécules qui ont été suivies mais qui ne sont pas présentées dans ce rapport.*

**Tableau 9. Liste des molécules suivies dans le sol au cours de l'étude Sol-Phy-Ly de 2018 à 2024.**

aclonifen	flutolanil	penflufen
benzovindiflupyr	fluxapyroxad	penthiopyrad
bixafen	glyphosate	phenmedipham
boscalid	halauxifen-méthyl	propaquizafop
chlorantraniliprole	imidacloprid	propiconazole
chloridazon	inpyrfluxam	prosulfocarb
clomazone	iodosulfuron méthyl	pydiflumetofen
cloquintocet mexyl	isofetamid	pyraclostrobin
clothianidin	isoproturon	pyraflufen-éthyl
cyantraniliprole	isopyrazam	pyroxsulam
desmedipham	mefenpyr-diéthyl	quizalofop
difenoconazole	mefentrifluconazole	quizalofop-P-éthyl
dimethenamid-P	mesosulfuron-méthyl	sedaxane
epoxiconazole	mesotrione	sulfoxaflor
ethofumesate	metamitron	terbuthylazine
florasulam	metazachlore	thiamethoxame
fluazifop-P	metconazole	triflusufluron-méthyl
fluazifop-P-butyl	metolachlor	2,6-dichlorobenzamide
flufenacet	metsulfuron-méthyl	AMPA
fluopyram	nicosulfuron	XDE-208 Urea (métabolite sulfoxaflor)

*En gris, les molécules qui ont été suivies mais qui ne sont pas présentées dans ce rapport.*

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

---

### 4.1 Introduction

Précédemment à l'étude Sol-Phy-Ly, les quatre lysimètres situés en Hesbaye ont fait l'objet d'un suivi depuis 2012 via des analyses d'eau effectuées par la SWDE (2012-2013) et par l'ISSEP (2014-2018). Pour cette dernière période, il n'y a eu qu'un ou deux échantillons d'eau analysés par an ; chaque échantillon analysé étant un composite d'échantillons prélevés dans le lysimètre en tenant compte du volume d'eau récolté par le lysimètre lors de chaque prise d'échantillon.

Certaines matières actives n'ont été suivies que lors de ces premières années ; ce sont : l'atrazine, le fluopicolide, le lenacil, le linuron, le mecoprop, la metribuzine, le pyridate, le quinmerac et le tebuconazole.

Dans le cadre de l'étude Sol-Phy-Ly, 57 matières actives et 3 métabolites ont été recherchés dans le sol et 77 matières actives et 6 métabolites ont été recherchés dans l'eau. Ces matières actives ont également fait l'objet d'un suivi en termes d'application recensées (depuis 2010).

Les matières actives pulvérisées au-dessus des lysimètres et détectées dans le sol ou dans l'eau (y compris certains métabolites) sont présentées dans l'annexe de ce rapport. Elles sont au nombre de 58. Les autres matières actives listées suivies mais non détectées sont présentées dans le tableau 37 (cf. § 14.1). Ces matières actives n'ont soit pas été détectées lors des analyses, soit pas été utilisées au-dessus des lysimètres.

Le regard posé sur les résultats est « horizontal » (c-à-d par matière active, tous lysimètres confondus). Cette approche s'appuie sur un constat et un objectif.

**Le constat** : nous disposons :

- d'une chronique d'application de PPP de plus de quatorze ans sur les huit lysimètres suivis ;
- d'un peu plus de 50.000 résultats d'analyses d'échantillons de sol prélevés depuis 2017 sur les parcelles équipées d'un lysimètre en Hesbaye et 2018 sur les parcelles équipées de lysimètres sur le site de Gembloux Agro-Bio Tech ;
- d'un peu plus de 30.000 résultats d'analyses d'échantillons d'eau prélevés dans les lysimètres depuis 2012 en Hesbaye et 2018 sur les parcelles équipées de lysimètres sur le site de Gembloux Agro-Bio Tech.

De ce fait, par matière active, nous disposons de plus en plus de répétitions d'observations 'apports PPP – analyses PPP dans le sol – analyses PPP dans l'eau'.

**L'objectif** : évaluer le potentiel du dosage des résidus de PPP dans les sols tant comme indicateur d'usage que comme indicateur de risque de contamination environnementale (eau souterraine).

La suite de ce rapport va donc s'atteler à établir

- un lien entre l'usage d'un PPP, l'évolution de sa concentration dans le sol (teneur) au cours des semaines, des mois, voire des années qui suivent son application ;
- un bilan entre la/les quantité(s) appliquée(s) lors du traitement et la quantité collectée à la base des lysimètres et
- un calcul ou, à défaut lorsque les concentrations observées dans l'eau sont inférieures à la LOQ, une estimation de la concentration moyenne à l'échelle de chaque période de lixiviation.

En annexe (§ 14), les résultats sont présentés par matière active (et ses éventuels métabolites) et par parcelle comme illustré à la figure 8, avec, en préambule, une analyse de leur présence dans les eaux souterraines de la région wallonne. Le lecteur doit être très attentif au coefficient multiplicateur ( $10^{\pm x}$ ) des unités. Dans l'exemple présenté, l'ordre de grandeur de la teneur est 10 fois moindre que la dose appliquée et la lixiviation est 1000 fois moindre que la teneur.

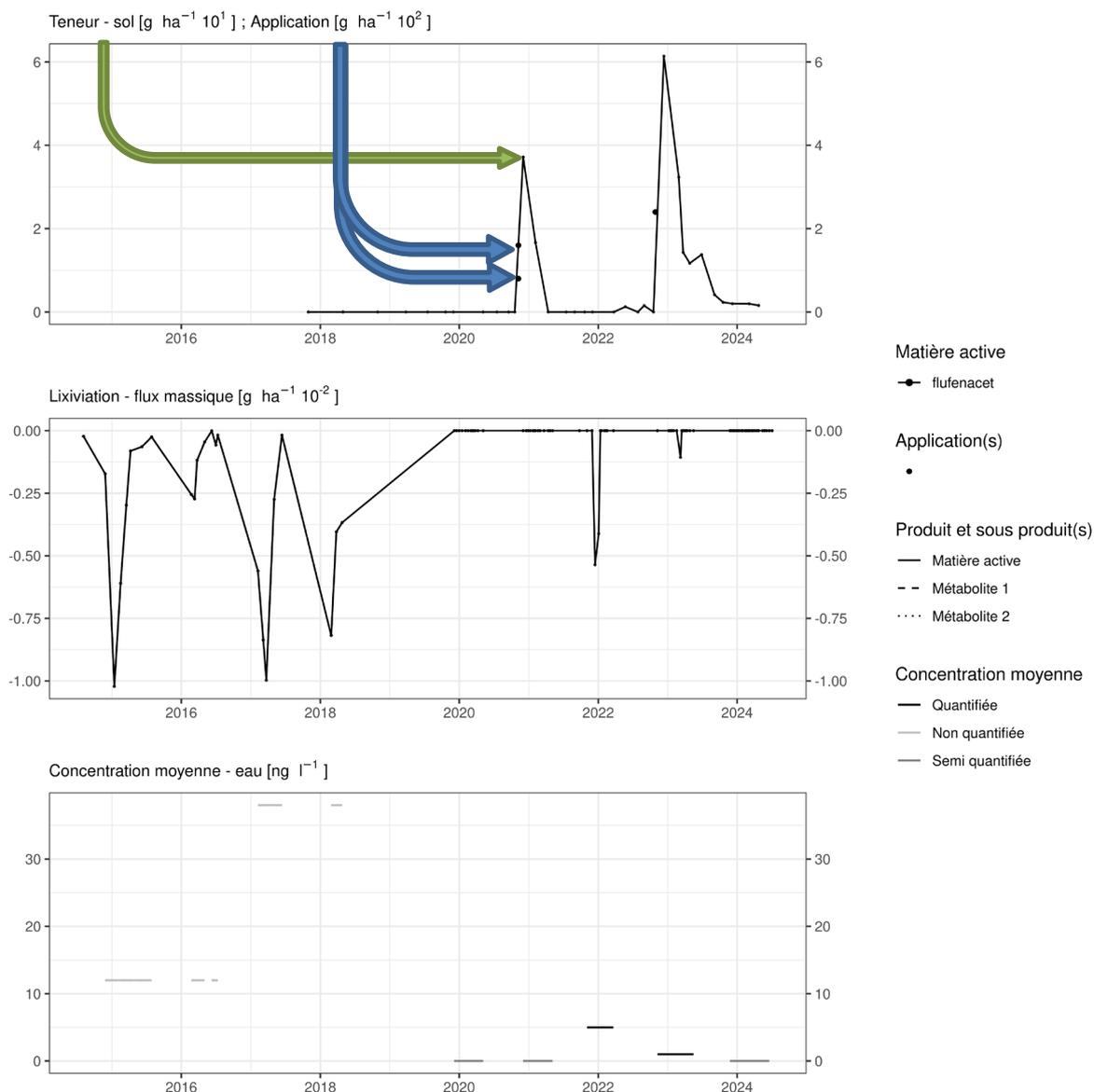
Les calculs de teneur en  $\text{g}\cdot\text{ha}^{-1}$  ont été fait sur la somme des couches de sol échantillonnées. En effet, sur les parcelles Sol-Résidus, des prélèvements sont réalisés par profondeur : 0-10 cm, 10-20 cm, 20-30 cm, 30-60 cm et 60-90 cm. En Hesbaye, les horizons prélevés sont 0-30 cm, 30-60 cm et 60-90 cm. Les résultats présentés ci-dessous sont donc représentatifs d'une grande épaisseur de sol même si les concentrations mesurées peuvent beaucoup varier d'un horizon à l'autre et d'une molécule à l'autre. En effet, pour certaines molécules la teneur est plus ou moins homogène sur l'épaisseur du sol alors que pour d'autres, seule la couche 0-30 cm en contient.

Le graphique du milieu illustre les flux massiques de PPP pour chaque échantillon d'eau analysé.

Le graphique du bas rend compte de l'éventuelle contamination moyenne lors d'une période de percolation. La conception de ce graphique a nécessité de définir des règles pour fixer les dates de début et fin de période de percolation car, ces dernières années, des reprises de drainage ont été observées lors de forts et longs épisodes pluvieux en été.

Il convient de rester attentif au fait qu'une concentration peut être associée à une lame drainante très fine ou très épaisse. Une concentration moyenne interannuelle 'visuelle' peut donc ne pas être représentative de l'impact réel sur la qualité des eaux souterraines.

Ce graphique illustre les concentrations des matières actives et des métabolites détectés. Lorsqu'il y a détection sans quantification ( $< \text{LOQ}$ ) (la LOQ de chaque substance est détaillée au § 13), une concentration équivalente à la moitié de la LOQ est affectée à l'échantillon concerné ; ce qui donne lieu à une *concentration moyenne non quantifiée* (en grisé dans le graphique). Si au moins une valeur est supérieure à la LOQ, la concentration moyenne au cours de la période de drainage est calculée en tenant compte de ces valeurs supérieures à la LOQ et des valeurs inférieures à la LOQ (comme expliqué précédemment). Dans ce cas de figure, le trait est noir.



**Figure 8. Exemple de résultats présentant les applications, la teneur dans le sol, le flux massique et la concentration moyenne dans l'eau.**

Pour chaque matière active, un regard est également posé sur sa présence dans les eaux souterraines via l'analyse de la base de données (2016-2023) *Calypso* gérée par le SPW. Les valeurs affichées sont des moyennes interannuelles. Chaque moyenne annuelle est construite sur base des moyennes mensuelles. Cette méthode permet de ne pas biaiser le résultat final dans le cas où un point d'observation aurait fait l'objet d'un suivi intensif (nombreux échantillons analysés) au cours d'un mois ou d'une année.

## 4.2 Discussion

Les résultats présentés au paragraphe 14 (Annexe 3 : Suivi des PPP dans le sol et dans l'eau) illustrent :

- la diversité des comportements tant de persistance dans le sol que de lixiviation ;
- la qualité de l'analyse de sol en tant qu'indicateur d'usage d'une matière active et
- la pertinence et la performance du dispositif dans l'évaluation des flux de matières actives vers les eaux souterraines.

Dans le **sol**, certaines matières actives sont très persistantes. Il s'agit essentiellement de fongicides (y compris les SDHI).

Des herbicides tels que l'acétonifène sont encore présents dans le sol plusieurs années après l'apport. La dose maximale admissible très élevée (plusieurs kilogrammes de matière active par an) ainsi que sa longue demi-vie dans le sol expliquent en partie ce constat.

La clomazone présente également une persistance importante dans le sol.

La plateforme Sol Résidus a permis d'avoir un regard sur l'impact du mode de gestion (et plus particulièrement du travail du sol et de l'enfouissement ou exportation des pailles) sur le devenir des PPP dans le sol. Cette plateforme longue durée, en place depuis 2008, présente déjà une légère concentration/augmentation de la teneur en carbone dans la couche de surface (0-10 cm). A ce stade, un léger impact du travail du sol est visible : un travail superficiel du sol (et non labour) présente des concentrations en PPP légèrement inférieure à la modalité « labour ». Les résultats sont présentés au paragraphe 15 (Annexe 4 : Impact du mode de culture sur le devenir des PPP dans le sol).

Dans l'**eau**, ce sont principalement des herbicides (et leurs métabolites) qui retiennent l'attention. Le desphenyl chloridazon présente, même plus de dix ans après un dernier traitement, des concentrations de l'ordre de 10.000 ng.L<sup>-1</sup>. Pour une application plus 'récente' (5 ans), la concentration moyenne annuelle observée au cours des dernières périodes de lixiviation est double.

Le métabolite du metazachlore (metazachlore ESA) présente des concentrations moyennes annuelles de 100 à 1000 ng.L<sup>-1</sup> alors que le dernier traitement date d'une quinzaine d'années.

Le métabolite du metolachlore (metolachlore ESA) présente des concentrations moyennes annuelles entre 2000 et 10.000 ng.L<sup>-1</sup> lorsqu'il est appliqué tous les deux ans. En cas d'usage moins régulier, la concentration est de l'ordre de 500 ng.L<sup>-1</sup>. Pour des usages anciens (une quinzaine d'années), les concentrations moyennes annuelles n'excèdent pas 100 ng.L<sup>-1</sup>.

Sporadiquement, de la bentazone, du bixafène, de la clothianidine, du difenoconazole, de l'éthofumesate, du flufenacét, de l'époxiconazole, du fluopyram, du fluxapyroxad, du mecoprop et du metamitron ont été quantifiés dans des échantillons d'eau avec une concentration moyenne annuelle de l'ordre de 5 à 30 ng.L<sup>-1</sup>.

Les lysimètres permettent d'évaluer les flux et concentrations de PPP et leurs éventuels métabolites vers les eaux souterraines. Les observations étant réalisées à deux mètres de profondeur, ils peuvent servir d'outil d'aide à la décision pour l'utilisation des PPP (limitation d'un usage pluriannuel) et leur suivi dans les eaux souterraines.

Pour le volet du suivi des pesticides dans les eaux souterraines, parmi les 58 matières actives détectées/quantifiées dans le cadre de cette étude, 31 ne sont pas suivies dans les eaux souterraines par le réseau de surveillance. Parmi celles-ci, il apparaît, vu les concentrations observées aux exutoires des lysimètres, qu'il serait opportun d'inclure dans le suivi des eaux souterraines le bixafène et le fluxapyroxad.

Enfin, grâce aux observations réalisées à la base des lysimètres ainsi qu'à l'analyse de la base de données Calypso, il est possible d'avoir un regard sur la pertinence de l'indice GUS (Groundwater Ubiquity Score).

Cet indice empirique de lixiviation a été créé par Gustafson (1989) comme suit :

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

*DT 50 : demi-vie dans le sol*

*Koc : coefficient d'absorption sur le carbone organique.*

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

Parmi les 58 matières actives détectées/quantifiées, 14 présentent un indice supérieur à 2.8 ; ce qui indique un risque élevé de lixiviation pour les eaux souterraines. Parmi ces 14 matières actives, sept sont suivies par le réseau de surveillance et ne présentent pas de pollution régulière dans les eaux souterraines (concentration supérieure à 100 ng.L<sup>-1</sup> de 2016 à 2023) ni aux exutoires des lysimètres. Les sept autres qui ne sont suivies qu'aux exutoires des lysimètres ne présentent également pas de problème particulier (la concentration moyenne à l'échelle d'une période de lixiviation est quasiment toujours inférieure à 30 ng.L<sup>-1</sup> et n'excède jamais 100 ng.L<sup>-1</sup>).

Ce constat amène deux observations :

1. Les caractéristiques physico-chimiques d'une matière active ne sont qu'une des composantes du risque pour les eaux ; l'aléa climatique, la densité d'usage à l'échelle d'un territoire et les caractéristiques du sol sont autant de facteurs qui conduisent à une éventuelle contamination, voire une pollution des eaux.
2. Par conséquent, il n'est pas opportun de mettre en œuvre des politiques d'incitation (limitation) ou d'interdiction uniquement sur base des caractéristiques physico-chimiques.

## 5 Evaluation agronomique et environnementale de matières actives alternatives au glyphosate

---

Un des objectifs de cette étude consiste à évaluer :

1. la persistance dans le sol et l'éventuelle lixiviation du glyphosate et de l'AMPA (son principal métabolite) ;
2. des traitements alternatifs au glyphosate.

### 5.1 Evaluation environnementale du glyphosate

Pour rencontrer le premier objectif, deux expérimentations ont été menées sur la plateforme Sol Résidus, la première en été 2018 et la seconde au printemps 2019. Ces deux périodes sont des périodes représentatives d'un usage éventuel de glyphosate :

- au printemps pour « nettoyer » la parcelle avant le semis d'une culture et ainsi limiter le « salissement » de la parcelle post semis
- en été pour lutter contre les adventices et repousses de céréales avant le semis d'une culture d'automne.

Des analyses de sol ont été réalisées préalablement aux traitements et au cours des semaines qui suivent l'application.

Le suivi du glyphosate et de l'AMPA dans le sol a permis de constater que la matière active est rapidement décomposée :

- pour le traitement d'été (aout 2018), au bout de quelques semaines, il ne reste qu'environ 15 g.ha<sup>-1</sup> sur les 1750 g.ha<sup>-1</sup> apportés lors du traitement. La concentration en AMPA est équivalente ou légèrement supérieure ;
- pour le traitement de printemps (mars 2019), au bout de quelques mois (fin juillet), il ne reste qu'environ 7 g.ha<sup>-1</sup> sur les 1800 g.ha<sup>-1</sup> apportés lors du traitement. La concentration en AMPA est équivalente ou légèrement supérieure.

A titre de comparaison, la plupart des fongicides suivis ainsi que certains herbicides restent détectés à des quantités équivalentes à l'apport au cours des années qui suivent l'apport.

L'analyse des échantillons d'eau collectés au cours de l'hiver 2018-2019 et 2019-2020 n'a jamais révélé de concentration en glyphosate et AMPA supérieure à la LOQ (respectivement 0.5 et 0.2 µg.L<sup>-1</sup>). Ces limites de quantification sont toutefois trop élevées et nécessiteraient un développement supplémentaire pour atteindre les limites admissibles en eau potable.

Les résultats complets sont présentés au § 16.2.

## 5.2 Evaluation agronomique et environnementale d'alternatives au glyphosate

Afin d'évaluer d'éventuelles alternatives au glyphosate, une première expérimentation (cf. § 16.3) a été menée, au printemps 2021 sur des CIPAN résiduelles, à base de :

- *Starane forte* contenant 333 g.L<sup>-1</sup> de fluroxypyr appliqué à 0.45 L.ha<sup>-1</sup> ce qui correspond à 15 mg.m<sup>-2</sup>.
- *Agil* contenant 100 g.L<sup>-1</sup> de propaquizafop appliqué à 0.75 L.ha<sup>-1</sup> correspondant à 7.5 mg.m<sup>-2</sup>.
- *U-46-D500* contenant 500 g.L<sup>-1</sup> de 2,4-D appliqué à 1,5 L.ha<sup>-1</sup> correspondant à 75 mg.m<sup>-2</sup>.

Le fluroxypyr et le propaquizafop ont été suivis dans le sol jusqu'à la fin de l'été 2021. Ces deux matières actives sont restées quantifiables jusqu'à cette période.

Le fluroxypyr n'a pas été suivi dans l'eau et le propaquizafop n'a pas été observé dans les échantillons d'eau collectés ultérieurement aux exutoires des lysimètres.

Au cours des semaines qui suivirent le traitement, un suivi visuel de la végétation sur les placettes a été mené. Les trois molécules testées n'ont pas eu une efficacité équivalente à celle du glyphosate.

Une seconde expérimentation (cf. § 16.4) a été menée en 2023 également sur la plateforme Sol Résidus. Un traitement a été réalisé, au printemps sur des CIPAN résiduelles, à base de :

- *Zypar* (1000 mL.ha<sup>-1</sup>) contenant 5 g.L<sup>-1</sup> de florasulam, 6,25 g.L<sup>-1</sup> d'halauxifène-méthyl et 6 g.L<sup>-1</sup> de cloquintocet-mexyl ;
- *Gozai* (800 mL.ha<sup>-1</sup>) contenant 26,5 g.L<sup>-1</sup> de pyraflufen-éthyl ;
- *Agil* (1500 mL.ha<sup>-1</sup>) contenant 100 g.L<sup>-1</sup> de propaquizafop ;
- *Allie* (20 g.ha<sup>-1</sup>) contenant 200 g.kg<sup>-1</sup> de metsulfuron-méthyl ou
- *Round Up Rapid Concetrare* (22,5 L.ha<sup>-1</sup>) contenant 500 g.L<sup>-1</sup> d'acide pélargonique

Au cours des semaines qui suivirent le traitement, des observations ont également été réalisées sur chacune des placettes (chaque placette correspondant à un produit). Aucune de ces matières actives n'a montré une efficacité agronomique équivalente au glyphosate.

Une bouillie contenant tous les produits a été pulvérisée à l'aplomb de deux lysimètres. Tout comme pour le glyphosate, ces matières actives n'ont pas été détectée dans l'eau collectée aux exutoires des lysimètres.

Il convient de préciser que l'acide pélargonique n'a pas été recherché dans les échantillons d'eau.

## 6 Désherbage des céréales

---

### 6.1 Introduction

Lors des six années de l'étude Sol-Phy-Ly, plusieurs expérimentations dédiées à une réduction d'utilisation d'herbicides en culture de froment d'hiver ont été menées. L'objectif a été d'évaluer si le désherbage mécanique en plein permettait de diminuer l'application d'herbicides en cours de saison de la culture.

Ces six années d'études ainsi que la valorisation de données antérieures ont permis d'évaluer l'efficacité de plusieurs itinéraires techniques dans différentes conditions climatiques mais aussi de niveaux d'infestation des parcelles, permettant ainsi de préconiser selon les conditions un itinéraire de désherbage approprié. Ces itinéraires permettent dans certaines conditions la diminution de l'utilisation des herbicides. Les modalités ont évolué au cours des années afin de prendre en compte les apprentissages des années antérieures, dans un but d'optimisation de l'itinéraire de désherbage mécanique en froment d'hiver. Ainsi, alors qu'au début les modalités de désherbage étaient uniquement composées de 0, 1 ou 2 passages de herse couplée à zéro, demi et pleine dose d'anti-graminée ou d'anti-dicotylée, celles-ci se sont complexifiées avec l'ajout de la houe rotative utilisée seule ou en combinaison de la herse étrille. De plus, la période d'application de la herse étrille s'est étoffée. À l'origine, les passages étaient réalisés uniquement après la reprise de la végétation au stade fin tallage et premier nœud, un passage de herse étrille à l'automne a été ajouté.

Enfin, toujours dans un but de réduction d'utilisation des PPP et d'optimisation du désherbage, la dernière expérimentation a testé différentes combinaisons d'opérations de désherbage curatif avec un levier agronomique préventif : le décalage de la date de semis.

Les résultats spécifiques de chaque année d'expérimentation sont présentés aux paragraphes 17, 18 et 19.

De plus, le document de thèse intitulé « Effects of different agronomic strategies on the short- and long-term management of weed flora in arable crops. » et financé par le SPW-DGO3 dans le cadre de cette étude est disponible sur ce lien <https://hdl.handle.net/2268/320069>. Dans cette partie, le point d'attention est axé sur les apprentissages globaux résultant des expérimentations des différentes années.

### 6.2 Sensibilité du désherbage mécanique aux conditions météorologiques

Afin d'avoir un désherbage mécanique en plein le plus efficace possible, il est important d'avoir une fenêtre météorologique avec plusieurs jours consécutifs sans pluies. En effet, pour une bonne efficacité (éviter le repiquage des adventices déchaussées par la herse étrille ou la houe rotative), il faut une terre bien réessuyée et une période sèche d'au moins 48h après le désherbage. Lors de ces années d'expérimentations, il a été (à l'exception d'une année) possible de réaliser les passages lors des moments escomptés au printemps, c.-à-d. un passage à la reprise de la végétation du froment et un second au stade redressement du froment. Par contre, le désherbage à l'automne ne semble pas faisable à cause des conditions humides automnales. De plus, lors de la réalisation de ce dernier, aucune réelle efficacité du désherbage mécanique n'a été observée. Celui-ci n'est donc pas préconisé.

Si l'on estime le nombre de fenêtres météorologiques propices au désherbage mécanique (considéré comme quatre jours de sec consécutifs) entre le 15 février et le 25 avril au cours des onze dernières années (2014 à 2024), trois années n'ont pas permis d'avoir au minimum cinq jours possibles d'interventions (tableau 10). Ces années-là, il semble donc compliqué pour un agriculteur d'envisager l'application de cette technique de désherbage. De plus, à cette période, il peut régner une forte compétitivité avec les autres activités agricoles à réaliser.

**Tableau 10: Nombre de jours d'intervention de désherbage mécanique possibles entre le 15 février et le 25 avril sur une base d'un minimum de 4 jours secs consécutifs entre 2014 et 2024.**

Année	Nombre de jours d'intervention
2014	21
2015	17
2016	0
2017	20
2018	12
2019	19
2020	28
2021	24
2022	34
2023	4
2024	2

Les années en rouge représentent les années où le désherbage mécanique semble délicat à réaliser (moins de 5 jours possibles)

Source : station météorologique de Sombrefte

Les conditions météorologiques durant l'hiver vont aussi avoir un effet sur le choix des outils de désherbage mécanique en plein. En cas de présence d'une croute de battance, les dents de la herse étrille ont tendance à former des sillons empêchant la dent de vibrer correctement et d'agir sur l'ensemble de la surface réduisant fortement son efficacité. Dans de telles conditions, un passage préalable de la houe rotative va permettre de casser la croute et ainsi engendrer un travail de la herse homogène. La houe rotative qui n'est pas suivie de la herse étrille n'a par contre pas engendré une réduction significative du nombre d'adventices. C'est donc bien la combinaison des deux outils qui permet une amélioration de l'efficacité du désherbage. De plus, la houe rotative en cassant la croute de battance va permettre d'améliorer les échanges gazeux et le réchauffement de la couche superficielle du sol, donnant un petit coup de boost à la culture. Si aucune croute de battance n'a été formée durant l'hiver, alors la houe rotative n'améliore en rien le désherbage et un passage de herse étrille suffit.

### 6.3 Effet du stade des adventices sur le désherbage mécanique

L'efficacité des outils de désherbages mécaniques en plein tels que la herse étrille et la houe rotative est très dépendante du stade des adventices. En effet, ceux-ci sont très efficaces aux stades fil blanc jusque premières feuilles des adventices. Par contre, une fois que le stade de développement des adventices est plus avancé, l'efficacité est moins bonne malgré un réglage plus agressif des outils. L'inconvénient en froment d'hiver est qu'il n'est pas possible d'intervenir à l'automne à cause des conditions météorologiques (comme expliqué au paragraphe 6.2). Dès lors, il est uniquement possible de réaliser le désherbage lors de la reprise végétative du froment en sortie d'hiver. Malheureusement, les adventices sont donc plus développées et l'efficacité du désherbage mécanique diminuée. L'efficacité du désherbage mécanique appliqué seul est significativement plus faible que le désherbage chimique, ce qui peut poser des problèmes à court et à long terme sur des terres avec une pression initiale en adventices assez élevée. Par contre, en cas de pression faible et avec des espèces qui ont une capacité de nuisances peu élevée, le désherbage mécanique peut suffire.

L'incapacité d'une efficacité suffisante, à cause des stades trop avancés des adventices, a poussé la réflexion à combiner des leviers de contrôle direct (désherbage mécanique) avec des leviers agronomiques et d'étudier plus précisément le retard de la date de semis du froment d'hiver. L'expérimentation (réalisée sur une année) a montré des résultats intéressants. En effet, retarder la date de semis d'environ un mois

(cf. § 19) a permis de diminuer la pression initiale en adventices (-22%), avec une réduction plus importante pour le vulpin (-38%). De plus, le retard de la date de semis a permis d'améliorer l'efficacité du désherbage mécanique et chimique grâce à l'application des opérations de désherbage sur des adventices à des stades plus jeunes et donc plus sensibles. Enfin, en semis tardif, les adventices présentes ont eu une production de biomasse (et donc un effet de compétitions sur la culture) beaucoup plus faible qu'en semis précoce. L'hypothèse est qu'en conditions froides, le froment d'hiver a une croissance relative plus élevée que les adventices, ce qui permet en sortie d'hiver d'avoir un froment qui domine les adventices et non pas l'inverse comme c'est le cas en semis précoce. En effet, en semis précoce, les adventices peuvent bien s'implanter avec les températures encore clémentes de l'automne. Le développement beaucoup plus faible des adventices en semis tardif, n'a engendré *in fine* aucune perte de rendement significative alors qu'en semis plus précoce, la présence d'adventices a engendré des pertes de rendement.

Ces résultats sont donc très prometteurs dans une optique de réductions d'usage des PPP, mais doivent toutefois être confirmés pour d'autres années d'expérimentation. De plus, l'agriculteur ne peut pas retarder l'emblavement de l'entièreté de ses terres en froment au risque de ne pas arriver à obtenir une fenêtre météorologique adéquate pour le semis du froment, comme ce fut le cas durant l'automne 2024. L'optique proposée est donc plutôt de favoriser en priorité un emblavement tardif uniquement sur les parcelles qui ont un stock semencier élevé et qui sont compliquées à désherber.

#### 6.4 Effet du type d'adventices sur l'efficacité du désherbage mécanique

A la lumière des expérimentations menées dans le cadre de cette étude, il a été possible de tester les modalités avec des compositions floristiques différentes. Chaque type d'adventices a en effet une sensibilité différente aux techniques de désherbage ; ce qui va demander un itinéraire technique de désherbage approprié. Les résultats ont confirmé que les adventices de types graminées sont peu sensibles au désherbage à la herse étrille. La herse étrille est en général plus adaptée aux adventices de types dicotylédones, mais comme évoqué précédemment, à cause du stade des adventices, le désherbage mécanique en plein n'est pas aussi efficace qu'un désherbage chimique et est donc à conseiller uniquement en cas de semis tardif (efficacité accrue) et/ou avec une pression en adventices initiale pas trop élevée. Il ne faut toutefois pas oublier qu'au sein même des dicotylées ou des graminées, une variété d'espèces peuvent être présentes et que l'ensemble de ces espèces n'ont ni la même sensibilité au désherbage mécanique, ni le même potentiel de nuisibilité sur la culture en cours, ni le même impact de salissement pour les années ultérieures. Ces éléments doivent donc être pris en compte pour juger s'il est opportun de réaliser du désherbage mécanique.

#### 6.5 Intérêt du désherbage mixte

Suite aux limites du désherbage mécanique, une approche de désherbage mixte est, dans certaines situations, un bon compromis pour diminuer la quantité de PPP utilisés tout en évitant de compromettre le niveau de rendement ainsi que le salissement à long terme des terres de cultures.

Le désherbage chimique est fortement conseillé en cas de présence de graminées car celles-ci ne sont que peu contrôlées par le désherbage mécanique en plein. Un désherbage mixte avec uniquement un anti-graminées pour gérer les graminées et un passage de herse étrille pour gérer les dicotylées est une possibilité envisageable si la pression en dicotylées n'est pas trop forte.

Les résultats de l'étude ont aussi montré qu'une demi-dose d'herbicide était tout aussi efficace qu'une dose pleine. Toutefois, l'utilisation à demi dose d'herbicide peut accélérer l'apparition d'individus résistants aux matières actives utilisées et donc compromettre la gestion durable de la flore adventice. L'ajout du désherbage mécanique avec la demi-dose permet de varier les pressions de sélection sur les adventices et potentiellement retarder l'apparition de résistance.

Grâce aux expérimentations mise en place sur les parcelles de Gembloux Agro-Bio Tech, il a aussi été possible de démontrer que le désherbage mixte (herbicide anti-dicotylée + anti-graminée en demi ou pleine dose) couplé à un passage de herse étrille (pas de différences significatives avec deux) assure dans n'importe quelle condition météorologique et de communauté d'adventices un très bon contrôle des adventices (cf. article publié dans le Livre blanc 2024 – voir § 21.1).

De plus, il a été démontré que ce sont les adventices les plus synchrones avec le froment d'hiver qui engendrent des pertes de rendement. Le risque d'avoir des levées après le passage de désherbage mécanique n'est donc pas à craindre et un unique passage a donc tendance à suffire, le second n'ayant que peu d'effet sur les adventices qui n'ont déjà pas été touchées lors du premier passage.

Il a été aussi observé que le désherbage mécanique a un effet plus rapide de réduction des adventices que l'application d'herbicide (il y a un temps avant que l'herbicide ne fasse effet et engendre la mort de la plante). De plus, même après la réduction du nombre d'adventices grâce au désherbage, la réduction se poursuit grâce à la compétition (sur la lumière et l'eau) engendrée par le froment.

Sur base de ces résultats, une nouvelle approche de désherbage est proposée sur les parcelles propices au désherbage mécanique. Si l'efficacité est estimée comme suffisante par l'agriculteur, alors aucune application d'herbicide n'est réalisée. Dans le cas contraire, un rattrapage chimique est préconisé. En cas de fenêtre indisponible pour le désherbage mécanique, alors le désherbage chimique est appliqué.

## 6.6 Conclusion

Ces six années ont présenté des situations variées (en termes de pression d'adventices et de climat) qui ont permis de proposer des schémas de désherbage qui vont intégrer le contexte (sol, météo, pression adventice) de chaque parcelle.

Ainsi, un diagramme décisionnel est proposé (figure 9) tout en sachant que, comme précisé précédemment, si le désherbage mécanique n'a pas bien fait effet et/ou qu'il n'a été réalisé trop tard en saison, un rattrapage chimique est possible.

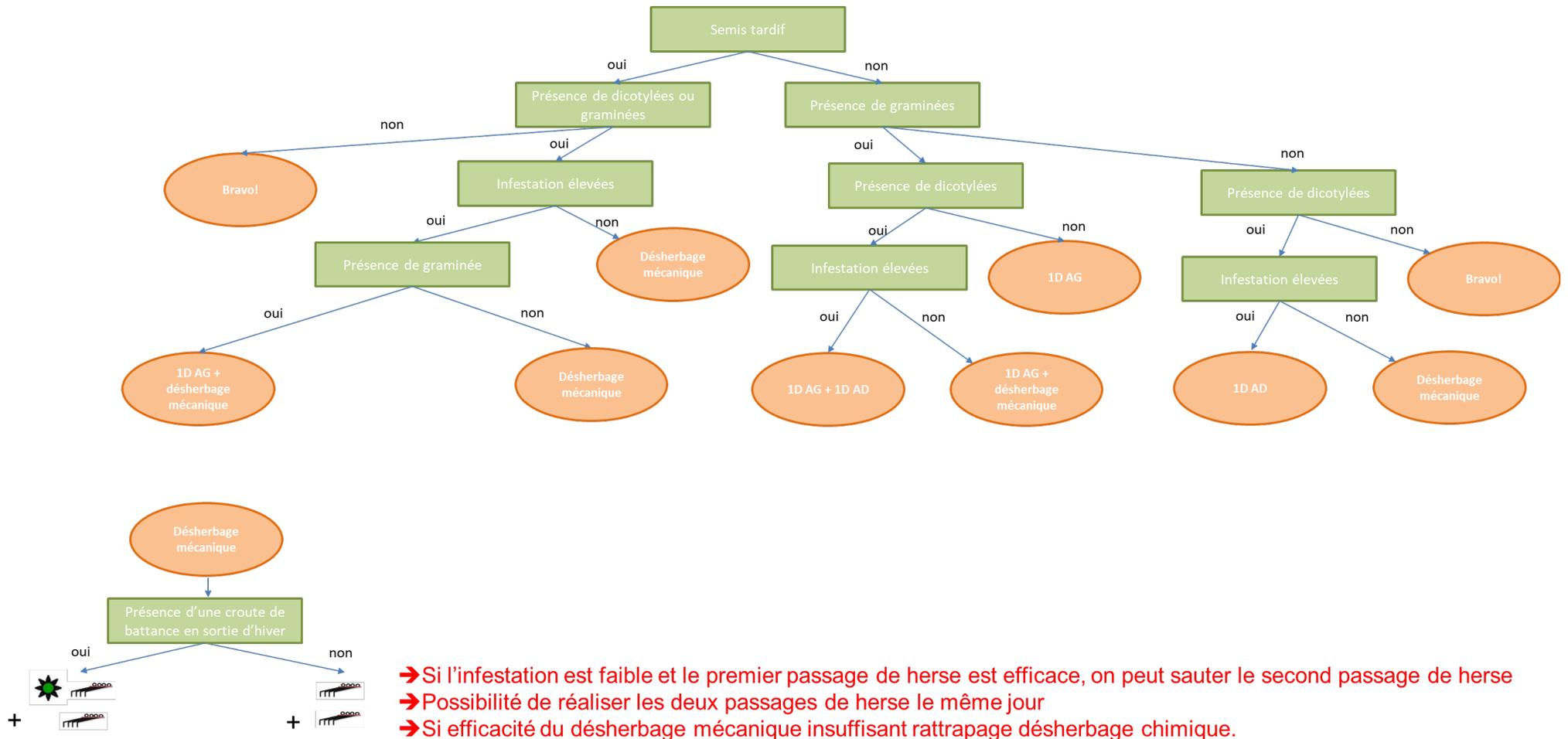


Figure 9 : Diagramme décisionnel (mécanique, chimique, combiné) de désherbage du froment d'hiver.

Les conseils proposés sont à adapter selon le potentiel de nuisibilité et du risque de salissement engendré par les espèces présentes. 1D= 1 dose pleine d'herbicide, AG= herbicide de type anti-graminée, AD= herbicide de type anti- dicotylée

## 7 Effet de la gestion à long terme des résidus de culture sur la flore adventice

---

### 7.1 Introduction

Outre le désherbage direct (herbicide, désherbage mécanique, ...), la gestion de la flore adventice à court et à long terme peut être impactée par l'utilisation de leviers agronomiques tels que l'utilisation du labour et l'exportation ou non des résidus de cultures (pailles). C'est à cette fin qu'une évaluation du stock semencier et de la flore exprimée en culture de froment d'hiver a été réalisée en 2022 sur la plateforme expérimentale longue durée Sol Résidus dont les modalités de gestion du travail du sol (labour ou non-labour) et de gestion des résidus de culture (exportation des pailles ou non) sont restées inchangées depuis 2008.

### 7.2 Résultats principaux

L'exportation systématique des résidus de culture n'a montré aucun effet sur la diversité et la densité des adventices à la fois au niveau du stock semencier et dans la culture du froment d'hiver. L'absence d'effet peut s'expliquer par le fait que la flore adventice présente sur l'expérimentation est composée d'espèces qui vont avoir leurs pluies de graines avant la moisson. Celles-ci ne sont donc que peu exportées par les pailles.

En termes de diversité, le nombre d'espèces d'adventices présentes sur cette plateforme est assez faible. L'effet du labour n'est que peu visible avec en moyenne une espèce en moins par quadrat dans les parcelles labourées comparées aux parcelles non-labourées.

Le labour s'est par contre montré un levier important de gestion de la pression en adventices. En effet, le stock semencier est beaucoup plus important en non-labour comparé aux parcelles gérées en labour avec une concentration des semences sur l'horizon 0-10 cm du sol. Ce stock plus faible dans les parcelles labourées a engendré un nombre de levées plus faible avec une densité d'adventices qui est réduite de 78% comparé aux parcelles non labourées (avant désherbage). Cette pression plus forte en non-labour a engendré *in fine* une biomasse d'adventices à floraison de la culture (après toutes opérations de désherbage) deux fois plus élevée dans les parcelles en non-labour comparées aux parcelles labourées.

Une moins bonne gestion à long terme des adventices en non-labour a engendré, durant la culture de froment, une pression supérieure en adventices qui a elle-même induit des pertes de rendement.

### 7.3 Conclusion

Cet expérimentation longue durée illustre à quel point le labour est un levier important pour maintenir une pression en adventices faible sur le long terme. Toutefois, le choix du non-labour peut être réalisé pour atteindre d'autres objectifs tels que la réduction du risque d'érosion ou encore la concentration du carbone organique dans l'horizon supérieur du sol. Dans de telles circonstances, la gestion de la flore adventice est plus compliquée en se privant d'un levier agronomique très efficace. L'utilisation des autres leviers agronomiques tels qu'une rotation diversifiée est d'autant plus importante dans cette situation afin d'éviter des problèmes de gestion de la flore adventice et une utilisation supplémentaire de PPP ou l'apparition de résistances. Ce problème d'apparition de résistances a d'ailleurs été observé sur cette expérimentation basée sur un retour du froment d'hiver tous les deux ans.

Pour plus d'information concernant ces résultats, veuillez consulter l'article publié dans *Agriculture, Ecosystems and Environment* et qui s'intitule « Effect of long-term tillage and residue managements on weed flora and its impact on winter wheat development ». <https://hdl.handle.net/2268/318213> .

## 8 Perspectives

---

Les parcelles Sol Résidus de Gembloux Agro-Bio Tech sont des outils précieux pour expérimenter et suivre de nouvelles molécules, encore peu connues et peu utilisées mais en passe de le devenir.

Afin d'utiliser encore cet outil qui a prouvé son intérêt, nous pensons qu'il serait intéressant de pouvoir continuer à suivre plus longuement des molécules méconnues comme, par exemple, le mefenfluconazole ou encore les SDHI dont l'usage se développe et qui sont sujet à controverse vu leur rémanence dans le sol.

De plus, il serait extrêmement intéressant de pouvoir focaliser notre attention sur les métabolites non encore suivi de PPP dans les eaux, comme le flufenacet ESA. En effet les métabolites sont les molécules qui posent le plus de problèmes dans les eaux mais ce sont aussi celles qui sont le moins bien suivies car elles sont difficiles à analyser. Pouvoir développer une ou des méthodes dédiées à des métabolites pertinents et/ou des métabolites de nouvelles molécules puis assurer le suivi de ces métabolites dans les eaux de percolation de nos lysimètres permettrait vraiment d'anticiper les risques de pollution des eaux souterraines et donc les risques pour l'approvisionnement en eau potable.

L'expérimentation de désherbage en froment d'hiver a permis de tirer plusieurs enseignements. Dès lors, il serait intéressant d'élargir l'expertise à d'autres cultures. La Région Wallonne, avec la mise en place de la nouvelle PAC, favorise l'implantation de cultures protéagineuses et de diverses « petites cultures » cultivées en pure ou en associé. Ces aides sont reprises sous l'aide de soutien couplé aux cultures de protéines végétales et sous l'éco-régime culture favorable à l'environnement. De plus, la Région Wallonne affirme la volonté de réduire l'utilisation de PPP avec son éco-régime « réduction d'intrant », qui interdit l'application d'une liste de produits phytopharmaceutiques<sup>9</sup>.

Par contre, un grand nombre d'agriculteurs n'osent pas adhérer à ces aides par crainte, entre autres, de ne pas pouvoir efficacement lutter contre les adventices. En effet, de nombreuses « petites cultures » (ex : le tournesol) ont très peu de molécules agréées, ce qui complique la maîtrise des adventices.

Si la Région Wallonne désire que les aides citées ci-dessus soient adoptées par les agriculteurs, il est primordial d'établir des itinéraires techniques de désherbage mécanique pour ces « petites cultures » de printemps. Il est donc suggéré de mettre en place une expérimentation sur le désherbage mécanique pour différentes cultures de printemps (orge de printemps, avoine, tournesol, protéagineux, ...) en pur, mais aussi en associé (l'association réduit souvent la liste des PPP utilisables) afin de pouvoir construire un outil d'aide à la décision tel que développé pour le froment d'hiver.

---

<sup>9</sup> [https://www.corder.be/sites/default/files/2024-08/2024\\_08\\_21-liste\\_ppp\\_er-ri\\_crp-corder.pdf](https://www.corder.be/sites/default/files/2024-08/2024_08_21-liste_ppp_er-ri_crp-corder.pdf)

## 9 Bibliographie

---

Actualisation des données et des indicateurs pesticides en vue de la présentation dans les rapports sur l'état de l'environnement wallon Applied microbiology – Phytopathology (ELIM-ELI-UCL) Earth and Life Institute Université catholique de Louvain. 2015. 139 pages [https://www.crphyto.be/sites/default/files/kcfinder/files/CRP\\_5\\_CORDER\\_ELIM\\_ELI\\_UCL\\_2015-1\(2\).pdf](https://www.crphyto.be/sites/default/files/kcfinder/files/CRP_5_CORDER_ELIM_ELI_UCL_2015-1(2).pdf)

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

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

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

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

EU SANTE/11813/2017 Analytical quality control and method validation procedures for pesticides residues analysis in food and feed. [https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/plant/docs/pesticides\\_mrl\\_guidelines\\_wrkdoc\\_2017-11813.pdf](https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/plant/docs/pesticides_mrl_guidelines_wrkdoc_2017-11813.pdf) (Access on September 20, 2018)

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

Jaunard D., Monty A., Mahy G. et Bodson B., 2013. La lutte intégrée contre les mauvaises herbes, Livre Blanc « Céréales » – Février 2013, <https://www.livre-blanc-cereales.be/wp-content/uploads/2016/08/Dynamique-des-populations-dadventices-et-contr%C3%B4le.pdf>

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

## 10 Liste des figures

Figure 1. Teneurs en pesticides dans les eaux souterraines (réseau DCE et additionnel) (source : <a href="http://environnement.wallonie.be/frameset.cfm?page=http://environnement.wallonie.be/de/eso/atlas/">http://environnement.wallonie.be/frameset.cfm?page=http://environnement.wallonie.be/de/eso/atlas/</a> Etat des nappes et des masses d'eau souterraine de Wallonie. Février 2024. ISSN 2795-6091 (N). SPW - DEE - Direction des Eaux souterraines. ....	7
Figure 2. Distribution des maxima observés par prise d'eau lors de trois périodes consécutives (source : SPW (2024). Etat des nappes d'eau souterraine de Wallonie. Edition : Service public de Wallonie, Belgique. Dépôt légal D/2019/11802/08).....	8
Figure 3. Impact des pesticides sur la qualité des eaux souterraines (Source : SPW-EEW). ....	9
Figure 4. Evolution des quantités totales de substances actives vendues en Belgique pour les utilisateurs professionnels par grand groupe de substances actives, de 1995 à 2020.....	11
Figure 5. Evolution de la quantité de substances actives (en kg) appliquées sur les différentes cultures pour la période 2004-2015 (réseau de comptabilité de la DAEA).....	12
Figure 6. Schéma d'un lysimètre. ....	14
Figure 7. Moyens mis en œuvre pour répondre aux besoins de l'étude. ....	15
Figure 8. Exemple de résultats présentant les applications, la teneur dans le sol, le flux massique et la concentration moyenne dans l'eau.....	23
Figure 9 : Diagramme décisionnel (mécanique, chimique, combiné) de désherbage du froment d'hiver. ....	32
Figure 10. Représentation de la LOQ (a) et de la LOD (limite de détection) (b) .....	50
Figure 11. Schéma d'extraction du glyphosate et de l'AMPA dans un sol. ....	51
Figure 12. Schéma d'extraction des PPP dans un sol. ....	64
Figure 13. Applications et suivi de la teneur en aclonifen dans la parcelle Bovenistier.....	84
Figure 14. Applications et suivi de la teneur en aclonifen dans la parcelle Chemin de fer. ....	85
Figure 15. Applications et suivi de la teneur en aclonifen dans la parcelle Sole 4. ....	86
Figure 16. Suivi de la teneur en atrazine dans la parcelle Haute Bova. ....	88
Figure 17. Suivi de la teneur en atrazine dans la parcelle Chemin de fer. ....	89
Figure 18. Suivi de la teneur en atrazine dans la parcelle Bovenistier.....	90
Figure 19. Suivi de la teneur en atrazine dans la parcelle Sole 4.....	91
Figure 20. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en atrazine observées dans les eaux souterraines. ....	92
Figure 21. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en deisopropylatrazine observées dans les eaux souterraines.....	92
Figure 22. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en desethylatrazine observées dans les eaux souterraines. ....	93
Figure 23. Applications et suivi de la teneur en azoxystrobine dans la parcelle Bovenistier. ....	95
Figure 24. Applications et suivi de la teneur en azoxystrobine dans la parcelle Chemin de fer.....	96
Figure 25. Applications et suivi de la teneur en azoxystrobine dans la parcelle Sole 4.....	97
Figure 26. Applications et suivi de la teneur en azoxystrobine dans la parcelle SR4.....	98
Figure 27. Applications et suivi de la teneur en azoxystrobine dans la parcelle SR8.....	99
Figure 28. Applications et suivi de la teneur en azoxystrobine dans la parcelle SR12.....	100
Figure 29. Applications et suivi de la teneur en azoxystrobine dans la parcelle SR16.....	101
Figure 30. Applications et suivi de la teneur en bentazone dans la parcelle Chemin de fer. ....	104
Figure 31. Applications et suivi de la teneur en bentazone dans la parcelle Bovenistier. ....	105
Figure 32. Applications et suivi de la teneur en bentazone dans la parcelle SR4.....	106
Figure 33. Applications et suivi de la teneur en bentazone dans la parcelle SR8.....	107
Figure 34. Applications et suivi de la teneur en bentazone dans la parcelle SR12.....	108
Figure 35. Applications et suivi de la teneur en bentazone dans la parcelle SR16.....	109
Figure 36. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en bentazone observées dans les eaux souterraines.....	110
Figure 37. Applications et suivi de la teneur en benzovindiflupyr dans la parcelle Haute Bova.....	112
Figure 38. Applications et suivi de la teneur en benzovindiflupyr dans la parcelle SR4.....	113
Figure 39. Applications et suivi de la teneur en benzovindiflupyr dans la parcelle SR8.....	114
Figure 40. Applications et suivi de la teneur en benzovindiflupyr dans la parcelle SR12.....	115

Figure 41. Applications et suivi de la teneur en benzovindiflupyr dans la parcelle SR16.....	116
Figure 42. Applications et suivi de la teneur en bixafén dans la parcelle Haute Bova.....	118
Figure 43. Applications et suivi de la teneur en bixafén dans la parcelle Chemin de fer.....	119
Figure 44. Applications et suivi de la teneur en bixafén dans la parcelle Bovenistier.....	120
Figure 45. Applications et suivi de la teneur en bixafén dans la parcelle SR4.....	121
Figure 46. Applications et suivi de la teneur en bixafén dans la parcelle SR8.....	122
Figure 47. Applications et suivi de la teneur en bixafén dans la parcelle SR12.....	123
Figure 48. Applications et suivi de la teneur en bixafén dans la parcelle SR16.....	124
Figure 49. Applications et suivi de la teneur en boscalid dans la parcelle Chemin de fer.....	126
Figure 50. Applications et suivi de la teneur en boscalid dans la parcelle Bovenistier.....	127
Figure 51. Applications et suivi de la teneur en chlorantraniliprole dans la parcelle Bovenistier.....	129
Figure 52. Applications et suivi de la teneur en chlorantraniliprole dans la parcelle Chemin de fer....	130
Figure 53. Applications et suivi de la teneur en chloridazon, en desphenyl-chloridazon (métabolite 1) et en methyl-desphenyl-chloridazon (métabolite 2) dans la parcelle Haute Bova.....	133
Figure 54. Applications et suivi de la teneur en chloridazon, en desphenyl-chloridazon (métabolite 1) et en methyl-desphenyl-chloridazon (métabolite 2) dans la parcelle Chemin de fer.....	134
Figure 55. Applications et suivi de la teneur en chloridazon, en desphenyl-chloridazon (métabolite 1) et en methyl-desphenyl-chloridazon (métabolite 2) dans la parcelle Bovenistier.....	135
Figure 56. Applications et suivi de la teneur en chloridazon, en desphenyl-chloridazon (métabolite 1) et en methyl-desphenyl-chloridazon (métabolite 2) dans la parcelle Sole 4.....	136
Figure 57. Applications et suivi de la teneur en chloridazon et en desphenyl-chloridazon (trait hachuré) dans la parcelle SR4.....	137
Figure 58. Applications et suivi de la teneur en chloridazon et en desphenyl-chloridazon (trait hachuré) dans la parcelle SR8.....	138
Figure 59. Applications et suivi de la teneur en chloridazon et en desphenyl-chloridazon (trait hachuré) dans la parcelle SR12.....	139
Figure 60. Applications et suivi de la teneur en chloridazon et en desphenyl-chloridazon (trait hachuré) dans la parcelle SR16.....	140
Figure 61. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en chloridazon observées dans les eaux souterraines.....	141
Figure 62. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en desphenyl-chloridazon observées dans les eaux souterraines.....	142
Figure 63. Applications et suivi de la teneur en chlorotalonil dans la parcelle Chemin de fer.....	143
Figure 64. Applications et suivi de la teneur en chlorotalonil dans la parcelle Haute Bova.....	144
Figure 65. Applications et suivi de la teneur en chlorotalonil dans la parcelle Sole 4.....	145
Figure 66. Applications et suivi de la teneur en clomazone dans la parcelle Chemin de fer.....	147
Figure 67. Applications et suivi de la teneur en clomazone dans la parcelle Bovenistier.....	148
Figure 68. Applications et suivi de la teneur en clomazone dans la parcelle Sole 4.....	149
Figure 69. Applications et suivi de la teneur en clomazone dans la parcelle SR4.....	150
Figure 70. Applications et suivi de la teneur en clomazone dans la parcelle SR8.....	151
Figure 71. Applications et suivi de la teneur en clomazone dans la parcelle SR12.....	152
Figure 72. Applications et suivi de la teneur en clomazone dans la parcelle SR16.....	153
Figure 73. Applications et suivi de la teneur en clopyralide dans la parcelle Bovenistier.....	154
Figure 74. Applications et suivi de la teneur en clopyralide dans la parcelle Chemin de fer.....	155
Figure 75. Applications et suivi de la teneur en clopyralide dans la parcelle Sole 4.....	156
Figure 76. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en clopyralide observées dans les eaux souterraines.....	157
Figure 77. Applications et suivi de la teneur en cloquintocet-mexyl dans la parcelle Bovenistier.....	159
Figure 78. Applications et suivi de la teneur en cloquintocet-mexyl dans la parcelle Chemin de fer.....	160
Figure 79. Applications et suivi de la teneur en cloquintocet-mexyl dans la parcelle SR8.....	161
Figure 80. Applications et suivi de la teneur en cloquintocet-mexyl dans la parcelle SR16.....	162
Figure 81. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle Haute Bova.....	164
Figure 82. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle Chemin de fer.....	165
Figure 83. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle Bovenistier.....	166
Figure 84. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle Sole 4.....	167

Figure 85. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle SR4. ....	168
Figure 86. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle SR8. ....	169
Figure 87. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle SR12. ....	170
Figure 88. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle SR16. ....	171
Figure 89. Applications et suivi de la teneur en cymoxanil dans la parcelle Chemin de fer. ....	173
Figure 90. Applications et suivi de la teneur en cymoxanil dans la parcelle Bovenistier. ....	174
Figure 91. Applications et suivi de la teneur en cymoxanil dans la parcelle Sole 4. ....	175
Figure 92. Applications et suivi de la teneur en cyproconazole dans la parcelle Sole 4. ....	177
Figure 93. Applications et suivi de la teneur en cyproconazole dans la parcelle Haute Bova. ....	178
Figure 94. Applications et suivi de la teneur en desmediphame dans la parcelle Chemin de fer. ....	180
Figure 95. Applications et suivi de la teneur en desmediphame dans la parcelle Haute Bova. ....	181
Figure 96. Applications et suivi de la teneur en desmediphame dans la parcelle SR4. ....	182
Figure 97. Applications et suivi de la teneur en desmediphame dans la parcelle SR8. ....	183
Figure 98. Applications et suivi de la teneur en desmediphame dans la parcelle SR12. ....	184
Figure 99. Applications et suivi de la teneur en desmediphame dans la parcelle SR16. ....	185
Figure 100. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle Haute Bova. ....	187
Figure 101. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle Chemin de fer. ....	188
Figure 102. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle Bovenistier. ....	189
Figure 103. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle Sole 4. ....	190
Figure 104. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle SR4. ....	191
Figure 105. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle SR8. ....	192
Figure 106. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle SR12. ....	193
Figure 107. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle SR16. ....	194
Figure 108. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle Haute Bova. ....	196
Figure 109. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle Chemin de fer. ....	197
Figure 110. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle Bovenistier. ....	198
Figure 111. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle Sole 4. ....	199
Figure 112. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle SR4. ....	200
Figure 113. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle SR8. ....	201
Figure 114. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle SR12. ....	202
Figure 115. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle SR16. ....	203
Figure 116. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en dimethanamide observées dans les eaux souterraines. ....	204
Figure 117. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle Haute Bova. ....	207
Figure 118. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle Chemin de fer. ....	208
Figure 119. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle Bovenistier. ....	209
Figure 120. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle Sole 4. ....	210
Figure 121. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle SR4. ....	211
Figure 122. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle SR8. ....	212
Figure 123. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle SR12. ....	213
Figure 124. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle SR16. ....	214
Figure 125. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle Haute Bova. ....	216
Figure 126. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle Chemin de fer. ....	217
Figure 127. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle Bovenistier. ....	218
Figure 128. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle Sole 4. ....	219
Figure 129. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle SR4. ....	220
Figure 130. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle SR8. ....	221
Figure 131. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle SR12. ....	222
Figure 132. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle SR16. ....	223
Figure 133. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en ethofumesate observées dans les eaux souterraines. ....	224
Figure 134. Applications et suivi de la teneur en florasulam dans la parcelle Chemin de fer. ....	226
Figure 135. Applications et suivi de la teneur en florasulam dans la parcelle Bovenistier. ....	227
Figure 136. Applications et suivi de la teneur en florasulam dans la parcelle SR4. ....	228
Figure 137. Applications et suivi de la teneur en florasulam dans la parcelle SR8. ....	229

Figure 138. Applications et suivi de la teneur en florasulam dans la parcelle SR12. ....	230
Figure 139. Applications et suivi de la teneur en florasulam dans la parcelle SR16. ....	231
Figure 140. Applications et suivi de la teneur en flufenacet, en flufenacet ESA (métabolite 1) et en flufenacet OA (métabolite 2) dans la parcelle Sole 4. ....	233
Figure 141. Applications et suivi de la teneur en flufenacet, en flufenacet ESA (métabolite 1) et en flufenacet OA (métabolite 2) dans la parcelle Chemin de fer. ....	234
Figure 142. Applications et suivi de la teneur en flufenacet, en flufenacet ESA (métabolite 1) et en flufenacet OA (métabolite 2) dans la parcelle Bovenistier. ....	235
Figure 143. Applications et suivi de la teneur en flufenacet dans la parcelle SR4. ....	236
Figure 144. Applications et suivi de la teneur en flufenacet dans la parcelle SR8. ....	237
Figure 145. Applications et suivi de la teneur en flufenacet dans la parcelle SR12. ....	238
Figure 146. Applications et suivi de la teneur en flufenacet dans la parcelle SR16. ....	239
Figure 147. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en flufenacet observées dans les eaux souterraines. ....	240
Figure 148. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en flufenacet ESA observées dans les eaux souterraines. ....	241
Figure 149. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en flufenacet OA observées dans les eaux souterraines. ....	241
Figure 150. Applications de fluopicolide et suivi de la teneur en 2-6 dichlorobenzamide (BAM) dans la parcelle Haute Bova. ....	243
Figure 151. Applications de fluopicolide et suivi de la teneur en 2-6 dichlorobenzamide (BAM) dans la parcelle Chemin de fer. ....	244
Figure 152. Applications de fluopicolide et suivi de la teneur en 2-6 dichlorobenzamide (BAM) dans la parcelle Bovenistier. ....	245
Figure 153. Applications de fluopicolide et suivi de la teneur en 2-6 dichlorobenzamide (BAM) dans la parcelle Sole 4. ....	246
Figure 154. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en 2-6 dichlorobenzamide (BAM) observées dans les eaux souterraines. ....	247
Figure 155. Applications et suivi de la teneur en fluopyram dans la parcelle Chemin de fer. ....	249
Figure 156. Applications et suivi de la teneur en fluopyram dans la parcelle Bovenistier. ....	250
Figure 157. Applications et suivi de la teneur en fluopyram dans la parcelle Sole 4. ....	251
Figure 158. Applications et suivi de la teneur en fluxapyroxad dans la parcelle Haute Bova. ....	253
Figure 159. Applications et suivi de la teneur en fluxapyroxad dans la parcelle Bovenistier. ....	254
Figure 160. Applications et suivi de la teneur en fluxapyroxad dans la parcelle Sole 4. ....	255
Figure 161. Applications et suivi de la teneur en halauxifen-methyl dans la parcelle SR4. ....	257
Figure 162. Applications et suivi de la teneur en halauxifen-methyl dans la parcelle SR8. ....	258
Figure 163. Applications et suivi de la teneur en halauxifen-methyl dans la parcelle SR12. ....	259
Figure 164. Applications et suivi de la teneur en halauxifen-methyl dans la parcelle SR16. ....	260
Figure 165. Applications et suivi de la teneur en imidaclopride dans la parcelle Sole 4. ....	262
Figure 166. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en imidaclopride observées dans les eaux souterraines. ....	263
Figure 167. Applications et suivi de la teneur en iodosulfuron methyl sodium dans la parcelle Bovenistier. ....	265
Figure 168. Applications et suivi de la teneur en iodosulfuron methyl sodium dans la parcelle Haute Bova. ....	266
Figure 169. Applications et suivi de la teneur en iodosulfuron methyl sodium dans la parcelle SR4. ....	267
Figure 170. Applications et suivi de la teneur en iodosulfuron methyl sodium dans la parcelle SR8. ....	268
Figure 171. Applications et suivi de la teneur en iodosulfuron methyl sodium dans la parcelle SR12. ....	269
Figure 172. Applications et suivi de la teneur en iodosulfuron methyl sodium dans la parcelle SR16. ....	270
Figure 173. Applications et suivi de la teneur en lenacil dans la parcelle Bovenistier. ....	271
Figure 174. Applications et suivi de la teneur en lenacil dans la parcelle Haute Bova. ....	272
Figure 175. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en lenacil observées dans les eaux souterraines. ....	273
Figure 176. Applications et suivi de la teneur en linuron dans la parcelle Bovenistier. ....	274
Figure 177. Applications et suivi de la teneur en linuron dans la parcelle Chemin de fer. ....	275

Figure 178. Applications et suivi de la teneur en linuron dans la parcelle Sole 4. ....	276
Figure 179. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en linuron observées dans les eaux souterraines. ....	277
Figure 180. Applications et suivi de la teneur en mecoprop dans la parcelle Bovenistier. ....	278
Figure 181. Applications et suivi de la teneur en mecoprop dans la parcelle Sole 4. ....	279
Figure 182. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en mecoprop observées dans les eaux souterraines. ....	280
Figure 183. Applications et suivi de la teneur en mefenpyr diethyl dans la parcelle Haute Bova. ....	281
Figure 184. Applications et suivi de la teneur en mefenpyr diethyl dans la parcelle SR4. ....	282
Figure 185. Applications et suivi de la teneur en mefenpyr diethyl dans la parcelle SR8. ....	283
Figure 186. Applications et suivi de la teneur en mefenpyr diethyl dans la parcelle SR12. ....	284
Figure 187. Applications et suivi de la teneur en mefenpyr diethyl dans la parcelle SR16. ....	285
Figure 188. Applications et suivi de la teneur en mefentrifluconazole dans la parcelle Bovenistier. ...	287
Figure 189. Applications et suivi de la teneur en mefentrifluconazole dans la parcelle Sole 4. ....	288
Figure 190. Applications et suivi de la teneur en mefentrifluconazole dans la parcelle SR4. ....	289
Figure 191. Applications et suivi de la teneur en mefentrifluconazole dans la parcelle SR8. ....	290
Figure 192. Applications et suivi de la teneur en mefentrifluconazole dans la parcelle SR12. ....	291
Figure 193. Applications et suivi de la teneur en mefentrifluconazole dans la parcelle SR16. ....	292
Figure 194. Applications et suivi de la teneur en mesosulfuron methyl dans la parcelle Bovenistier. ...	294
Figure 195. Applications et suivi de la teneur en mesosulfuron methyl dans la parcelle Haute Bova. ...	295
Figure 196. Applications et suivi de la teneur en mesosulfuron methyl dans la parcelle SR4. ....	296
Figure 197. Applications et suivi de la teneur en mesosulfuron methyl dans la parcelle SR8. ....	297
Figure 198. Applications et suivi de la teneur en mesosulfuron methyl dans la parcelle SR12. ....	298
Figure 199. Applications et suivi de la teneur en mesosulfuron methyl dans la parcelle SR16. ....	299
Figure 200. Applications et suivi de la teneur en mesotrione dans la parcelle SR4. ....	301
Figure 201. Applications et suivi de la teneur en mesotrione dans la parcelle SR8. ....	302
Figure 202. Applications et suivi de la teneur en mesotrione dans la parcelle SR12. ....	303
Figure 203. Applications et suivi de la teneur en mesotrione dans la parcelle SR16. ....	304
Figure 204. Applications et suivi de la teneur en metamitron et de son métabolite (metamitron desamino libellé 'Métabolite 1') dans la parcelle Haute Bova. ....	306
Figure 205. Applications et suivi de la teneur en metamitron et de son métabolite (metamitron desamino libellé 'Métabolite 1') dans la parcelle Chemin de fer. ....	307
Figure 206. Applications et suivi de la teneur en metamitron dans la parcelle Bovenistier. ....	308
Figure 207. Applications et suivi de la teneur en metamitron dans la parcelle Sole 4. ....	309
Figure 208. Applications et suivi de la teneur en metamitron dans la parcelle SR4. ....	310
Figure 209. Applications et suivi de la teneur en metamitron dans la parcelle SR8. ....	311
Figure 210. Applications et suivi de la teneur en metamitron dans la parcelle SR12. ....	312
Figure 211. Applications et suivi de la teneur en metamitron dans la parcelle SR16. ....	313
Figure 212. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en metamitron observées dans les eaux souterraines. ....	314
Figure 213. Applications et suivi de la teneur en metazachlore dans la parcelle Bovenistier. ....	316
Figure 214. Applications et suivi de la teneur en metazachlore dans la parcelle Sole 4. ....	317
Figure 215. Applications et suivi de la teneur en metazachlore dans la parcelle Chemin de fer. ....	318
Figure 216. Applications et suivi de la teneur en metazachlore dans la parcelle SR4. ....	319
Figure 217. Applications et suivi de la teneur en metazachlore dans la parcelle SR8. ....	320
Figure 218. Applications et suivi de la teneur en metazachlore dans la parcelle SR12. ....	321
Figure 219. Applications et suivi de la teneur en metazachlore dans la parcelle SR16. ....	322
Figure 220. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en metazachlore observées dans les eaux souterraines. ....	323
Figure 221. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en metazachlore ESA observées dans les eaux souterraines. ....	323
Figure 222. Applications et suivi de la teneur en metolachlore, en metolachlore ESA (métabolite 1) et en metolachlore OA (métabolite 2) dans la parcelle Haute Bova. ....	326
Figure 223. Applications et suivi de la teneur en metolachlore, en metolachlore ESA (métabolite 1) et en metolachlore OA (métabolite 2) dans la parcelle Chemin de fer. ....	327

Figure 224. Applications et suivi de la teneur en metolachlore, en metolachlore ESA (métabolite 1) et en metolachlore OA (métabolite 2) dans la parcelle Bovenistier.....	328
Figure 225. Applications et suivi de la teneur en metolachlore, en metolachlore ESA (métabolite 1) et en metolachlore OA (métabolite 2) dans la parcelle Sole 4. ....	329
Figure 226. Applications et suivi de la teneur en metolachlore et en metolachlore ESA (métabolite 1) dans la parcelle SR4.....	330
Figure 227. Applications et suivi de la teneur en metolachlore, en metolachlore ESA (métabolite 1) et en metolachlore OA (métabolite 2) dans la parcelle SR8.....	331
Figure 228. Applications et suivi de la teneur en metolachlore, en metolachlore ESA (métabolite 1) et en metolachlore OA (métabolite 2) dans la parcelle SR12.....	332
Figure 229. Applications et suivi de la teneur en metolachlore, en metolachlore ESA (métabolite 1) et en metolachlore OA (métabolite 2) dans la parcelle SR16.....	333
Figure 230. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en metolachlore observées dans les eaux souterraines. ....	334
Figure 231. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en metolachlore ESA observées dans les eaux souterraines.....	334
Figure 232. Applications et suivi de la teneur en metribuzine dans la parcelle Bovenistier.....	336
Figure 233. Applications et suivi de la teneur en metribuzine dans la parcelle Chemin de fer.....	337
Figure 234. Applications et suivi de la teneur en metribuzine dans la parcelle Haute Bova. ....	338
Figure 235. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en metribuzine observées dans les eaux souterraines. ....	339
Figure 236. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron methyl dans la parcelle Bovenistier. ...	341
Figure 237. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron methyl dans la parcelle Chemin de fer. ....	342
Figure 238. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron methyl dans la parcelle Sole 4.....	343
Figure 239. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron methyl dans la parcelle SR4.....	344
Figure 240. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron methyl dans la parcelle SR8.....	345
Figure 241. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron methyl dans la parcelle SR12.....	346
Figure 242. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron methyl dans la parcelle SR16.....	347
Figure 243. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en metsulfuron methyl observées dans les eaux souterraines.....	348
Figure 244. Applications et suivi de la teneur en nicosulfuron dans la parcelle SR4.....	350
Figure 245. Applications et suivi de la teneur en nicosulfuron dans la parcelle SR8.....	351
Figure 246. Applications et suivi de la teneur en nicosulfuron dans la parcelle SR12.....	352
Figure 247. Applications et suivi de la teneur en nicosulfuron dans la parcelle SR16.....	353
Figure 248. Applications et suivi de la teneur en pendimethaline dans la parcelle Bovenistier. ....	355
Figure 249. Applications et suivi de la teneur en pendimethaline dans la parcelle Chemin de fer.....	356
Figure 250. Applications et suivi de la teneur en pendimethaline dans la parcelle Haute Bova. ....	357
Figure 251. Applications et suivi de la teneur en pendimethaline dans la parcelle Sole 4. ....	358
Figure 252. Applications et suivi de la teneur en penflufen dans la parcelle Bovenistier. ....	359
Figure 253. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en penflufen observées dans les eaux souterraines.....	360
Figure 254. Applications et suivi de la teneur en phenmediphame dans la parcelle Haute Bova.....	362
Figure 255. Applications et suivi de la teneur en phenmediphame dans la parcelle Chemin de fer.....	363
Figure 256. Applications et suivi de la teneur en phenmediphame dans la parcelle Bovenistier. ....	364
Figure 257. Applications et suivi de la teneur en phenmediphame dans la parcelle Sole 4. ....	365
Figure 258. Applications et suivi de la teneur en phenmediphame dans la parcelle SR4.....	366
Figure 259. Applications et suivi de la teneur en phenmediphame dans la parcelle SR8.....	367
Figure 260. Applications et suivi de la teneur en phenmediphame dans la parcelle SR12.....	368
Figure 261. Applications et suivi de la teneur en phenmediphame dans la parcelle SR16.....	369
Figure 262. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en prochloraz observées dans les eaux souterraines.....	371
Figure 263. Applications et suivi de la teneur en propaquizafop dans la parcelle SR4.....	372
Figure 264. Applications et suivi de la teneur en propaquizafop dans la parcelle SR8.....	373
Figure 265. Applications et suivi de la teneur en propaquizafop dans la parcelle SR12.....	374

Figure 266. Applications et suivi de la teneur en propaquizafop dans la parcelle SR16. ....	375
Figure 267. Applications et suivi de la teneur en propiconazole dans la parcelle Haute Bova. ....	377
Figure 268. Applications et suivi de la teneur en propiconazole dans la parcelle Sole 4. ....	378
Figure 269. Applications et suivi de la teneur en propiconazole dans la parcelle Bovenistier. ....	379
Figure 270. Applications et suivi de la teneur en propiconazole dans la parcelle SR4. ....	380
Figure 271. Applications et suivi de la teneur en propiconazole dans la parcelle SR8. ....	381
Figure 272. Applications et suivi de la teneur en propiconazole dans la parcelle SR12. ....	382
Figure 273. Applications et suivi de la teneur en propiconazole dans la parcelle SR16. ....	383
Figure 274. Applications et suivi de la teneur en prosulfocarbe dans la parcelle Bovenistier. ....	385
Figure 275. Applications et suivi de la teneur en prosulfocarbe dans la parcelle Haute Bova. ....	386
Figure 276. Applications et suivi de la teneur en prosulfocarbe dans la parcelle Sole 4. ....	387
Figure 277. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en prosulfocarbe observées dans les eaux souterraines. ....	388
Figure 278. Applications et suivi de la teneur en pyraclostrobine dans la parcelle Bovenistier. ....	390
Figure 279. Applications et suivi de la teneur en pyraclostrobine dans la parcelle Haute Bova. ....	391
Figure 280. Applications et suivi de la teneur en pyraclostrobine dans la parcelle Sole 4. ....	392
Figure 281. Applications et suivi de la teneur en pyraclostrobine dans la parcelle SR4. ....	393
Figure 282. Applications et suivi de la teneur en pyraclostrobine dans la parcelle SR8. ....	394
Figure 283. Applications et suivi de la teneur en pyraclostrobine dans la parcelle SR12. ....	395
Figure 284. Applications et suivi de la teneur en pyraclostrobine dans la parcelle SR16. ....	396
Figure 285. Applications et suivi de la teneur en pyraflufen ethyl dans la parcelle Bovenistier. ....	398
Figure 286. Applications et suivi de la teneur en pyraflufen ethyl dans la parcelle SR4. ....	399
Figure 287. Applications et suivi de la teneur en pyraflufen ethyl dans la parcelle SR8. ....	400
Figure 288. Applications et suivi de la teneur en pyraflufen ethyl dans la parcelle SR12. ....	401
Figure 289. Applications et suivi de la teneur en pyraflufen ethyl dans la parcelle SR16. ....	402
Figure 290. Applications et suivi de la teneur en pyridate dans la parcelle Bovenistier. ....	403
Figure 291. Applications et suivi de la teneur en quinmerac dans la parcelle Haute Bova. ....	404
Figure 292. Applications et suivi de la teneur en quinmerac dans la parcelle Sole 4. ....	405
Figure 293. Applications et suivi de la teneur en sulfoxaflor dans la parcelle Chemin de fer. ....	407
Figure 294. Applications et suivi de la teneur en tebuconazole dans la parcelle Bovenistier. ....	409
Figure 295. Applications et suivi de la teneur en tebuconazole dans la parcelle Chemin de fer. ....	410
Figure 296. Applications et suivi de la teneur en terbuthylazine dans la parcelle Sole 4. ....	412
Figure 297. Applications et suivi de la teneur en terbuthylazine dans la parcelle SR4. ....	413
Figure 298. Applications et suivi de la teneur en terbuthylazine dans la parcelle SR8. ....	414
Figure 299. Applications et suivi de la teneur en terbuthylazine dans la parcelle SR12. ....	415
Figure 300. Applications et suivi de la teneur en terbuthylazine dans la parcelle SR16. ....	416
Figure 301. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L <sup>-1</sup> ) en terbuthylazine observées dans les eaux souterraines. ....	417
Figure 302. Applications et suivi de la teneur en triflusaluron methyl dans la parcelle Haute Bova. ....	418
Figure 303. Applications et suivi de la teneur en triflusaluron methyl dans la parcelle SR4. ....	419
Figure 304. Applications et suivi de la teneur en triflusaluron methyl dans la parcelle SR8. ....	420
Figure 305. Applications et suivi de la teneur en triflusaluron methyl dans la parcelle SR12. ....	421
Figure 306. Applications et suivi de la teneur en triflusaluron methyl dans la parcelle SR16. ....	422
Figure 307. Description et schéma du dispositif expérimental Sol Résidus – Gembloux – GxABT. ..	424
Figure 308. Concentration en epoxiconazole et en terbuthylazine dans le sol des parcelles Sol Résidus entre 2019 et mai 2022. ....	426
Figure 309. Concentration en benzovindiflupyr, bixafen, epoxiconazole et terbuthylazine dans le sol des parcelles Sol Résidus entre mai 2022 et mai 2024. ....	426
Figure 310. Concentration en fluroxypyr au cours du temps dans l’horizon 0-10 cm. ....	431
Figure 311. Concentration en propaquizafop au cours du temps dans l’horizon 0-10 cm. ....	431
Figure 312. Applications et suivi de la teneur en florasulam dans la parcelle SR16. ....	433
Figure 313. Application et suivi de la teneur en halauxifène-méthyl dans la parcelle SR16. ....	434
Figure 314. Application et suivi de la teneur en propaquizafop dans la parcelle SR16. ....	435
Figure 315. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron-méthyl dans la parcelle SR16. ....	435
Figure 316. Expérimentation désherbage Sol-Phy-Ly. Protocole expérimental 2019 & 2020. ....	438

Figure 317. Evolution des populations de graminées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-graminées, expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	441
Figure 318. Efficacité de l'utilisation de l'herbicide anti-graminées en fonction de l'utilisation de la herse étrille. Expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	442
Figure 319. Evolution des populations de graminées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-dicotylées, expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	442
Figure 320. Evolution des populations de dicotylées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-dicotylées, expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	443
Figure 321. Evolution des populations de dicotylées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-graminées, expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	443
Figure 322. Dynamique des populations d'adventices au sein des modalités sans désherbage chimique (nombre d'adventices recensées par quadrats de ¼ m²). ....	444
Figure 323. Dynamique des populations de graminées. Nombre d'adventices par m², expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	445
Figure 324. Dynamique des populations de dicotylées. Nombre d'adventices par m², expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	445
Figure 325. Résultats rendement au sein des modalités concernées par l'application de l'anti-graminées (en kg de grains par hectare), expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	446
Figure 326. Efficacité de l'herbicide anti-graminées en fonction de l'utilisation de la herse étrille sur le rendement en grains. Expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	447
Figure 327. Résultats rendement au sein des modalités concernées l'utilisation de la herse étrille croisée à l'anti-graminées (en kg de grains par hectare), expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	448
Figure 328. Efficacité de l'utilisation de la herse étrille en fonction de l'utilisation de l'anti-graminées sur le rendement en grains. Expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	448
Figure 329. Résultats rendement au sein des modalités concernées par l'application de l'anti-dicotylées (en kg de grains par hectare), expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	449
Figure 330. Efficacité de l'herbicide anti-graminées en fonction de l'utilisation de la herse étrille sur le rendement en grains. Expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	449
Figure 331. Résultats rendement au sein des modalités concernées par l'utilisation de la herse étrille croisée à l'anti-dicotylées (en kg de grains par hectare), expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	450
Figure 332. Efficacité de l'utilisation de la herse étrille en fonction de l'utilisation de l'anti-dicotylées sur le rendement en grains. Expérimentation de désherbage 2018-2019. ....	450
Figure 333. Nombre total de dicotylées en fonction du nombre de passages de herse étrille. ....	453
Figure 334. Nombre total de dicotylées en fonction de la dose d'anti-graminée et du nombre de passages de herse étrille. ....	453
Figure 335. Diminution du nombre de dicotylées par rapport au témoin (en pourcentage) en fonction du nombre de passage mécanique et de la dose d'anti-dicotylée. ....	454
Figure 336. Photo des sillons préférentiels creusés par la herse étrille. ....	455
Figure 337. Rendement en froment selon le nombre de passages de herse et la dose d'anti-dicotylées. ....	456
Figure 338. Protocole expérimental de désherbage 2020-2021. ....	458
Figure 339. Protocole expérimental de désherbage 2021-2022. ....	460
Figure 340. Composition initiale de la flore d'adventices 2020-2021. ....	462
Figure 341. Distribution spatiale du nombre d'adventices au premier comptage (2020-2021). ....	463
Figure 342. Tendances de l'évolution du nombre d'adventices en fonction du temps selon la dose d'anti-dicotylée et le nombre de passages mécanique. ....	463
Figure 343. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T1 en fonction des modalités de passages mécanique. ....	464
Figure 344. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T1 et T2 en fonction des modalités de passages mécanique. ....	465
Figure 345. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T2 en fonction des modalités de passages mécanique. ....	466
Figure 346. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T2 en fonction des doses d'anti-dicotylées et des modalités de passages mécaniques. ....	467

Figure 347. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T2 et T3 sous anti-graminée en fonction des modalités de passages mécaniques.....	468
Figure 348. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T3 en fonction des doses d'anti-dicotylées et des modalités de passages mécanique. ....	469
Figure 349. Biomasse d'adventices à floraison du froment en fonction des doses d'anti-dicotylées et des modalités de passages mécaniques. ....	470
Figure 350. Photo aérienne de la parcelle d'expérimentation à la floraison des matricaires camomilles (A). Schéma reprenant les modalités de désherbage chimique correspondant à chaque micro-parcelle (B). ....	471
Figure 351. Rendement en grain à 15% d'humidité selon la biomasse en MS d'adventice à floraison du froment.....	472
Figure 352. Rendement du froment en fonction des doses d'anti-dicotylées et des modalités de passage mécanique.....	473
Figure 353. Composition initiale de la flore d'adventices 2021-2022. ....	474
Figure 354. Distribution spatiale du nombre d'adventices au premier comptage (2021-2022). ....	475
Figure 355. Evolution du nombre d'adventices en fonction du temps selon la dose d'anti-dicotylée et le nombre de passages mécaniques. ....	475
Figure 356. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T1 en fonction des modalités de passages mécaniques.....	477
Figure 357. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T1 et T2 en fonction des modalités de passages mécaniques.....	478
Figure 358. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T2 en fonction des modalités de passage mécanique.....	479
Figure 359. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T2 en fonction des doses d'anti-dicotylées et des modalités de passage mécanique.....	480
Figure 360. Biomasse d'adventices à floraison du froment en fonction des doses d'anti-dicotylées et des modalités de passage mécanique. ....	481
Figure 361. Rendement en grains à 15% d'humidité selon la biomasse en MS d'adventice à floraison du froment.....	482
Figure 362. Rendement du froment en fonction des doses d'anti-dicotylées et des modalités de passage mécanique. Les losanges orange représentent les moyennes.....	483
Figure 363. Photo représentant le passage préférentiel provoqué par l'action des dents de herse étrille sur un sol glacé à la sortie de l'hiver (2020-2021). ....	484
Figure 364. Photos représentant un sol écrouté après un passage de houe rotative avant (A) et après passage de la herse étrille (B). (2020-2021). ....	485
Figure 365. Protocole expérimental 2022-2023 de désherbage du froment. ....	489
Figure 366. Distribution spatiale du nombre d'adventices au premier comptage. ....	492
Figure 367. Tendance de l'évolution du nombre d'adventices en fonction du temps selon la date de semis, la dose d'herbicide et les opérations de désherbage mécanique. ....	492
Figure 368. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T1 en fonction des modalités de désherbage chimique en semis hâtif et tardif. ....	494
Figure 369. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T1 et T2 en fonction de la dose d'herbicide, des modalités de désherbage mécanique et de la date de semis du froment.....	495
Figure 370. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices de type dicotylées entre T2 et T3 en fonction de la date de semis du froment. ....	497
Figure 371. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices de type dicotylée entre T2 et T3 en fonction des modalités de désherbage mécaniques.....	498
Figure 372. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T2 en fonction de la date de semis du froment, des doses d'herbicide et des modalités de désherbages mécaniques. ....	499
Figure 373. Biomasse d'adventices à floraison du froment en fonction de la date de semis du froment, de la dose d'herbicide et des modalités de désherbage mécaniques.....	500
Figure 374. Rendement en grain à 15% d'humidité selon la biomasse en MS d'adventice à floraison du froment selon la date de semis du froment. ....	501
Figure 375. Rendement du froment en fonction de la date de semis du froment, de la dose d'herbicide et des modalités de désherbage mécanique. ....	502

Figure 376. Schéma de bac de germination. ....	505
Figure 377. Proportions d'adventices par stratégie de culture pour l'horizon de surface (gauche) et l'horizon en profondeur.....	506
Figure 378. Proportions en adventices en fonction des stratégies de culture (1 <sup>er</sup> comptage).....	507
Figure 379. Influence du type de travail du sol sur l'abondance en adventices en sortie d'hiver.....	507
Figure 380. Représentation cartographique de la densité totale d'adventices recensées lors du deuxième comptage.....	508
Figure 381. Biomasse du froment et des adventices en fonction du type de travail du sol (floraison du froment). ....	509
Figure 382. Influence du type de travail du sol (gauche) et de la gestion des résidus (droite) sur la richesse en espèces (1 <sup>er</sup> comptage). ....	509
Figure 383. Influence du type de travail du sol sur la richesse en espèces (floraison du froment).....	510

## 11 Liste des tableaux

Tableau 1. Concentration moyenne (ng.L <sup>-1</sup> ) de métabolites et de substances actives dans les eaux souterraines (2017). .....	10
Tableau 2. Extrapolation de la quantité de substances actives appliquées (kg.ha <sup>-1</sup> ) par type de culture à l'échelle de la Wallonie (2015). .....	12
Tableau 3. Vente nationale de quelques substances actives (tonnes.an <sup>-1</sup> ). .....	13
Tableau 4. Descriptif de gestion du travail du sol et des résidus de culture sur les parcelles de Gembloux .....	14
Tableau 5. Méthodes utilisées pour l'analyse des molécules ciblées dans l'étude. ....	17
Tableau 6. Nombre d'analyses de sol réalisées par le CRA-W. ....	18
Tableau 7. Nombre d'analyses d'eau réalisées par le CRA-W. ....	18
Tableau 8. Liste des molécules suivies dans l'eau au cours de l'étude Sol-Phy-Ly de 2018 à 2024. ....	19
Tableau 9. Liste des molécules suivies dans le sol au cours de l'étude Sol-Phy-Ly de 2018 à 2024. ....	20
Tableau 10: Nombre de jours d'intervention de désherbage mécanique possibles entre le 15 février et le 25 avril sur une base d'un minimum de 4 jours secs consécutifs entre 2014 et 2024. ....	29
Tableau 11. Méthodes utilisées pour l'analyse des molécules ciblées dans le projet. ....	51
Tableau 12. Standards analytiques utilisés dans la méthode glyphosate. ....	52
Tableau 13. Dilutions réalisées à partir de la solution STOCK. ....	52
Tableau 14. Paramètres spectrométriques pour l'analyse du glyphosate et de l'AMPA. ....	53
Tableau 15. Résultats de la validation pour le glyphosate et l'AMPA dans le sol. ....	54
Tableau 16. Standards analytiques utilisés dans l'ensemble des méthodes eau. ....	55
Tableau 17. Dilutions réalisées à partir des solutions STOCK. ....	57
Tableau 18. Paramètres spectrométriques pour les molécules suivies dans les méthodes multi résidus eau 1 et bentazone. ....	59
Tableau 19. Paramètres spectrométriques pour les molécules suivies dans la méthode multi résidus eau 2. ....	61
Tableau 20. Limite de quantification et de détection dans l'eau pour les méthodes multi eau 1 et bentazone. ....	62
Tableau 21. Limite de quantification et de détection dans l'eau pour la méthode multi eau 2. ....	63
Tableau 22. Standards analytiques utilisés dans l'ensemble des méthodes multi résidus sol. ....	65
Tableau 23. Dilutions réalisées à partir des solutions STOCK pour les analyses multi résidus 1. ....	66
Tableau 24. Dilutions réalisées à partir des solutions STOCK pour les analyses bentazone. ....	67
Tableau 25. Dilutions réalisées à partir des solutions STOCK pour les analyses herbicides 2021. ....	67
Tableau 26. Dilutions réalisées à partir des solutions STOCK pour les analyses multi résidus sol 2. ....	68
Tableau 27. Paramètres spectrométriques pour les molécules suivies dans la méthode multi résidus sol 1. ....	69
Tableau 28. Paramètres spectrométriques pour l'analyse du fluroxypyr et du propaquizafop. ....	73
Tableau 29. Paramètres spectrométriques pour les molécules suivies dans les méthodes SDHI et multi résidus sol 2. ....	74
Tableau 30. Paramètres spectrométriques MSMS pour les molécules suivies dans les méthodes SDHI et multi résidus sol 2. ....	74
Tableau 31. Paramètres spectrométriques MSMS pour les molécules suivies dans la méthode herbicides 2023. ....	75
Tableau 32 : Résultats de la validation multi résidus sol 1 .....	75
Tableau 33. Résultats de la validation de la méthode bentazone sol. ....	76
Tableau 34. Résultats de la validation de la méthode SDHI. ....	77
Tableau 35. Résultats de la validation de la méthode herbicides 2023. ....	77
Tableau 36. Résultats de la validation de la méthode multi résidus sol 2. ....	78
Tableau 37. Matières actives non utilisées et/ou non détectée suivies dans le cadre de la convention Sol-Phy-Ly. ....	81
Tableau 38. Teneur en bentazone sur les parcelles de la plateforme Sol Résidus (Expérimentation 2019). ....	102
Tableau 39. Teneur en bentazone sur les parcelles de la plateforme Sol Résidus (Expérimentation 2023) .....	103

Tableau 40. Teneur (%) en carbone dans trois couches de sol des placettes de Sol Résidus .....	423
Tableau 41. Moyenne et écart type des concentrations ( $\mu\text{g.kg}^{-1}$ ) mesurées dans les couches 0-10 cm, 10-20 cm et 20-30 cm pour la période 2018-mai 2022.....	425
Tableau 42. Moyenne et écart type des concentrations ( $\mu\text{g.kg}^{-1}$ ) mesurées dans les couches 0-10cm, 10-20 cm et 20-30 cm pour la période mai 2022 à mai 2024.....	425
Tableau 43. Teneurs en glyphosate et AMPA dans les parcelles de la plateforme Sol Résidus en 2018. ....	428
Tableau 44. Teneurs en glyphosate et AMPA dans les parcelles de la plateforme Sol Résidus en 2019. ....	429
Tableau 45. Récapitulatif des activités d'observation et de traitement pour l'expérimentation désherbage 2019-2020.....	439
Tableau 46. Récapitulatif des activités d'observation et de traitement pour l'expérimentation désherbage Sol-Phy-Ly 2018-2019. ....	439
Tableau 47. Récapitulatif des activités d'observation et de traitement pour l'expérimentation désherbage Sol-Phy-Ly 2019-2020. ....	440
Tableau 48. Impact des techniques de désherbage mécanique et/ou chimique sur le rendement moyen par rapport au témoin.....	451
Tableau 49. Activités de désherbages et de prises de données réalisées en 2021-2022.....	461
Tableau 50. Activités de désherbages et de prises de données réalisées en 2020-2021.....	461
Tableau 51. Semis, activités de désherbages et prises de données réalisées en 2022-2023.....	490
Tableau 52. Composition initiale de la flore adventice.....	491
Tableau 53. Nombre de graminées moyen/m <sup>2</sup> en sortie d'hiver selon les modalités de désherbage mécanique.....	493
Tableau 54. Nombre d'adventices moyen /m <sup>2</sup> en sortie d'hiver selon la date de semis et la nature des adventices. ....	493
Tableau 55. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices en fonction de la dose d'herbicide ou de la date de semis ou du désherbage mécanique sur la population de graminées et de dicotylées (moyenne et erreur standard en pourcentage).....	496

## 12 Annexe 1 : Echantillonnage

---

Les échantillons sont prélevés dans chacune des quatre modalités de la plateforme long terme Sol Résidus appartenant à la ferme expérimentale de l'université de Liège Gembloux Agro-Bio Tech. Cette expérimentation a débuté en 2009 et vise à étudier la différence à long terme sur le sol entre labour et non labour avec exportation ou restitution des résidus de culture sur la parcelle. Chacune de ces modalités est équipée d'un lysimètre, enterré à 2 m de profondeur, permettant de recueillir l'eau en période de percolation.

Des prélèvements sont aussi réalisés sur quatre parcelles situées en Hesbaye également équipée d'un lysimètre. Ces quatre parcelles se trouvent chez des agriculteurs et sont exploitées par ceux-ci en agriculture conventionnelle.

### 12.1 Echantillonnage de l'eau de percolation

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

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

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

### 12.2 Echantillonnage et conditionnement des échantillons de sol

Les différents horizons collectés sur les parcelles Sol Résidus sont 0-10, 10-20, 20-30, 30-60 et 60-90 cm. En Hesbaye, les horizons sont 0-30, 30-60 et 60-90 cm.

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

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

Le prélèvement ainsi que le conditionnement des échantillons de sol est réalisé par GRENeRA.

## 13 Annexe 2 : Développement et validation des méthodes analytiques utilisées au cours de l'étude Sol-Phy-Ly

---

### 13.1 Choix des molécules suivies

Les molécules suivies ont été choisies suivant plusieurs critères. Pour les molécules analysées dans les échantillons de sol, nous avons tout d'abord listé des molécules appliquées sur la plateforme expérimentale Sol Résidus de Gembloux Agro-Bio Tech. Cette liste a été complétée en accord avec les membres du comité d'accompagnement par quelques molécules problématiques dans l'eau souterraine, telle que la bentazone.

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

Les deux listes de molécules établies initialement ont été revues au printemps 2022 suite à la reconduction de la convention. De nouvelles molécules ont alors été choisies en fonction des mêmes critères que précédemment ainsi qu'en fonction des résultats déjà obtenus.

### 13.2 Principe de la validation d'une méthode d'analyse de sol

La validation des méthodes d'analyse de sol a été réalisée à partir d'un sol prélevé dans une parcelle maraichère exploitée en agriculture biologique depuis plusieurs années, située près de Ciney. Ce sol est nommé sol de référence par la suite.

Avant la validation des méthodes, de nombreuses expérimentations préliminaires ont été réalisées afin d'optimiser tous les paramètres analytiques en fonction des données de la littérature scientifique et de l'expérience du laboratoire. L'optimisation a porté sur les paramètres de préparation des échantillons au laboratoire, de séparation chromatographique et de détection/quantification par spectrométrie de masse.

Les méthodes ont été validées selon les normes européennes en matière de validation de méthodes d'analyse de résidus de pesticides (EU SANTE/11312/2021 v2)<sup>10</sup>. Pour chaque substance active, les paramètres suivants ont été mesurés et évalués : la spécificité, la linéarité de la réponse chromatographique, la précision, la justesse, la limite de quantification (LOQ) et la stabilité des pesticides en solution.

#### 13.2.1 *Spécificité*

La spécificité de la méthode est vérifiée par l'analyse du sol de référence (témoin). Il est vérifié l'absence de composé pouvant interférer avec l'identification des substances actives et métabolites recherchés. De plus, l'analyse par LC-MS/MS utilisant la quantification / confirmation des molécules sur base de deux transitions MS/MS et la LC-HRMS utilisant la masse exacte est très spécifiques.

#### 13.2.2 *Linéarité de la réponse du détecteur, justesse, précision et LOQ*

La linéarité est évaluée en mesurant la réponse du détecteur (aire du pic) en fonction de la concentration en substance active pour une série de solutions de références de concentrations connues. La régression linéaire (méthode des moindres carrés) est calculée sur la moyenne de quatre injections lors de la

---

<sup>10</sup> [https://food.ec.europa.eu/system/files/2023-11/pesticides\\_mrl\\_guidelines\\_wrkdoc\\_2021-11312.pdf](https://food.ec.europa.eu/system/files/2023-11/pesticides_mrl_guidelines_wrkdoc_2021-11312.pdf)

validation de la méthode. Les droites de régression en matrice sont re-préparées au laboratoire lors de chaque série d'injections.

La justesse et la précision de la méthode sont évaluées à partir du calcul des taux de récupération obtenus sur le sol de référence auxquels des quantités connues de substances actives ont été ajoutées. Trois niveaux de concentration et cinq répétitions par niveau sont utilisés. La valeur moyenne des taux de récupération par niveau doit être comprise entre 70 et 120 % avec un écart-type relatif (RSD) de 20% maximum. Pour chaque série d'analyse d'échantillons, un contrôle de performance par niveau est réalisé.

Lors de l'analyse d'échantillons de sol, une droite de calibration en matrice est injectée systématiquement. La droite de calibration doit avoir un coefficient de corrélation supérieur ou égal à 0,99 ( $R^2$ ).

La limite de quantification (LOQ) est définie comme un rapport signal sur bruit (S/N) de 5 (figure 10).

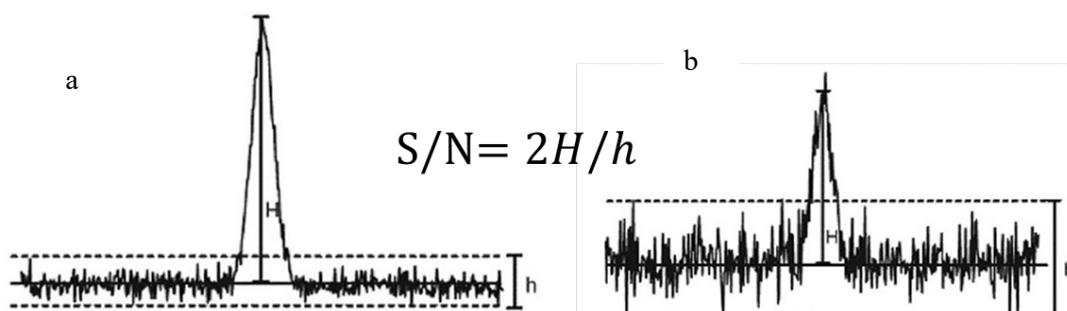


Figure 10. Représentation de la LOQ (a) et de la LOD (limite de détection) (b)

### 13.2.3 Dans les laboratoires de l'Unité 10 du CRA-W

Développer une méthode analytique, principalement lorsqu'elle est multi résidus prend beaucoup de temps. En effet, l'optimisation de ce type de méthode est le meilleur compromis analytique possible permettant l'analyse quantitative de toutes les molécules d'intérêt.

Dans le cadre de ce projet, 11 méthodes ont été développées et validées combinant chacune une méthode d'extraction et une méthode analytique par chromatographie en phase liquide à ultra haute performance couplée à la spectrométrie de masse, sept méthodes dans les sols et quatre dans l'eau. Le tableau 11 présente l'association entre la méthode d'extraction et l'appareil analytique utilisé pour chaque méthode. Les méthodes eau et sol pour le glyphosate ont été réalisées sur l'UHPLC Shimadzu Nexera couplé au spectromètre de masse ABSciex 5500QTRAP.

La méthode multi résidus sol a été mise au point sur l'HPLC Waters Acquity couplé à un TQD.

Les méthodes multi résidus eau 1, bentazone sol ainsi que les méthodes SDHI et multi-résidus eau 2 et sol ont été développées sur l'HPLC Shimadzu couplé à l'ABSciex X500R QToF. La durée de l'injection varie entre 18 et 25 minutes selon les méthodes et chaque échantillon et solution de calibration d'une séquence analytique est injecté deux fois, les temps d'analyse sont donc très élevés. Une séquence complète de 25 échantillons dure jusqu'à 35 heures.

Tableau 11. Méthodes utilisées pour l'analyse des molécules ciblées dans le projet.

Appareil	Glyphosate / AMPA		Multi résidus 1		Bentazone		Herbicides 2021	SDHI	Herbicides 2023	Multi résidus 2	
	2018 à 06/2020		2018 à 05/2022		2018 à 2024		03/2021 à 05/2021	01/2021 à 05/2022	02/2023 à 05/2023	Depuis 05/2022	
	Eau	Sol	Eau	Sol	Eau	Sol	Sol	Sol	Sol	Eau	Sol
LC MS/MS WATERS				X							
LC MS/MS ABSciex	X	X					X				
LC HRMS ABSciex			X		X	X		X	X	X	X

### 13.3 Méthode d'analyse du glyphosate et de l'AMPA dans l'eau et dans le sol

#### 13.3.1 Préparation des échantillons d'eau et de sol

Les échantillons d'eau sont stockés au frigo à 4°C avant analyse. Ils sont centrifugés 15 min à 4°C et 4800 rcf (rotational centrifugal force) pour limiter les matières en suspension puis filtrés et mis en vial en propylène avant d'être injectés.

La procédure d'extraction dans le sol est la suivante (Figure 11) : 5 g de sol sont introduits dans un tube Falcon de 50 mL auxquels sont ajoutés 10 mL d'acide phosphorique à 5 % dans l'eau. Ce mélange est agité 1 heure à 20 Hz à l'aide d'un agitateur mécanique puis le tube est centrifugé 15 min à 4800 rcf à 4°C. Le surnageant est filtré à 0,2 µm sur un filtre nylon et dilué 10 fois dans de l'eau ultrapure. Cette solution est ensuite placée en fiole d'injection en polypropylène avant d'être analysée.

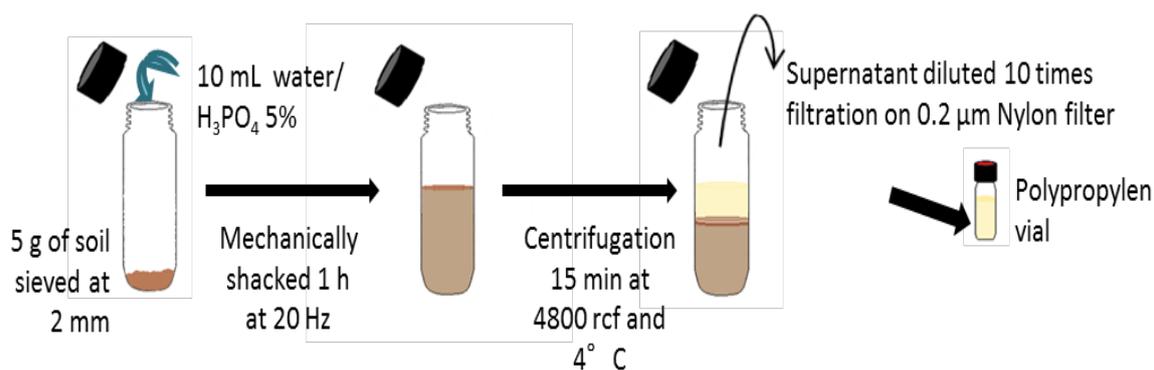


Figure 11. Schéma d'extraction du glyphosate et de l'AMPA dans un sol.

#### 13.3.2 Préparation des droites de calibration de la méthode glyphosate

Environ 10 mg de standards analytiques ont été mis en solution dans de l'eau ultrapure dans des ballons jaugés en polypropylène de 50 mL et constituent les solutions stock individuelles (concentration à ± 200 µg.mL<sup>-1</sup>) (tableau 12).

**Tableau 12. Standards analytiques utilisés dans la méthode glyphosate.**

Substance active	Application	Formule brute	Pureté (%)	Pesée (mg)
glyphosate	Herbicide	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> NO <sub>5</sub> P	99,7	10,2
AMPA	Métabolite	CH <sub>6</sub> NO <sub>3</sub> P	98,5	11,0

A partir de la solution STOCK de chacun des deux composés, les solutions A, B et C sont réalisées dans un ballon jaugé en plastique de 50 mL à partir de 5, 2,5 et 1,25 mL de chacune de ces solutions. Ces solutions sont conservées au frigo à 4°C pour une durée maximum de 3 mois.

Les solutions D à L sont les solutions intermédiaires et sont réalisées par dilution dans l'eau ultrapure (tableau 13) pour les analyses d'eau et les analyses de sol :

**Tableau 13. Dilutions réalisées à partir de la solution STOCK.**

Solution finale	Volume de prélèvement (mL)	Solution prélevée	Volume final (mL)	Concentration finale (µg.L <sup>-1</sup> )	Concentration en matrice ou dans l'eau (µg.L <sup>-1</sup> )
STOCK	-	-	50	200 000	
A	5	STOCK	50	20 000	2000
B	2,5	STOCK	50	10 000	1000
C	1,25	STOCK	50	5 000	500
D	5	A	50	2 000	200
E	5	B	50	1 000	100
F	5	C	50	500	50
G	5	D	50	200	20
H	5	E	50	100	10
I	5	F	50	50	5
J	5	G	50	20	2
K	5	H	50	10	1
L	5	I	50	5	0,5

Pour l'analyse des échantillons de sol, la droite de référence en matrice est réalisée à partir des solutions standards C à L et la solution de dilution correspond à l'extrait témoin récupéré après extraction de 5 g de sol de référence avec 10 mL d'acide phosphorique à 5 % dans l'eau et application de la procédure décrite à la Figure 11 .

Pour l'évaluation des taux de récupération, 500 µL d'une solution mixte Glyphosate/AMPA sont ajoutés à 5 g de sol. 3 concentrations sont utilisées, 500 ; 1000 et 5000 µg.L<sup>-1</sup> pour le dopage du sol, ce qui correspond à une concentration finale dans le sol de 50, 100 et 500 µg.kg<sup>-1</sup>.

Pour l'analyse des échantillons d'eau, la droite de référence est réalisée à partir des solutions standards C à L diluée dans de l'eau ultra-pure.

### 13.3.3 Méthode analytique par LC-MS/MS

Les paramètres chromatographiques sont les mêmes pour les analyses d'eau et de sol.

- Paramètres chromatographiques

- LC: Shimadzu Nexera (Shimadzu, USA)
- Autosampler: Shimadzu SIL-30AC (Shimadzu, USA)

- Pompe: Shimadzu LC-30AD (Shimadzu, USA)
- Four: Shimadzu CTO-20AC (Shimadzu, USA)
- Détecteur: Triple Quadrupole Mass Spectrometer ABSciex 5500QTRAP (ABSciex, Singapore)
- Logiciel de pilotage: software Analyst (version 1.6.2)
- Colonne: hypercarb 100 mm x 2.1 mm i.d, 3 µm particle size (Thermo Scientific, USA)
- Phase mobile : A : Eau / méthanol (97/3, v/v), 0.5% d'acide formique ULC-MS  
B : Méthanol ULC-MS
- Débit : 0,22 mL.min<sup>-1</sup>.
- Gradient :

Temps	Phase mobile	
	% A	% B
initial	100	0
5 min	80	20
8 min	10	90
9,50 min	100	0
25 min	100	0

- Température de la colonne : 40°C.
- Volume d'injection : 10 µL.

- Paramètres spectrométriques

- Spectromètre de masse : Triple Quadrupole Mass Spectrometer ABSciex 5500QTRAP
- Mode d'ionisation : électrospray négatif (ESI-)
- Mode de détection : MRM (Multiple Reaction Monitoring)
- Cone gas flow (curtain) : 20 psi (nitrogen)
- Ion spray voltage : -4500 V
- Source température : 550°C
- Desolvation gas flow : 50 psi (air)
- Nebulisation gas flow : 50 psi (air)
- Collision gas (CAD): médium (nitrogen)
- Entrance potential = -10 V
- Software of integration: ABSciex MultiQuant (ABSciex, Singapore)

**Tableau 14. Paramètres spectrométriques pour l'analyse du glyphosate et de l'AMPA.**

Pesticide	Temps de rétention (min.)	Ion parent (uma)	Declustering potentiel (V)	Ion fils (uma)	Energie de collision (V)	CXP : Collision cell exit potential (V)
glyphosate	2,36	168	-60	63	-38	-27
				124	-18	-13
AMPA	1,5	110	-50	79	-22	-7
				63	-38	-5

#### 13.3.4 Résultats de la validation du glyphosate et de l'AMPA

- Spécificité

L'analyse de témoin (sol de référence ou eau ultra-pure) a montré l'absence de composé pouvant interférer avec l'identification des substances actives analysées.

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

La linéarité a été évaluée sur une échelle de concentration allant au minimum de 5 à 500  $\mu\text{g.L}^{-1}$  maximum de substance active en mesurant la réponse du détecteur (aire de pic) en fonction de la concentration en substance active. La régression linéaire a été calculée sur une moyenne de 4 injections.

Les droites de régression en matrice pour le sol et dans l'eau ultra pure pour l'eau ont un coefficient de détermination ( $R^2$ ) supérieur ou égal à 0,99 pour le glyphosate et pour l'AMPA.

Le tableau 15 ci-après résume les résultats de la validation pour le sol ; à savoir le nom de la substance active, la moyenne des taux de récupération obtenu pour les 3 niveaux de fortification, leur moyenne et leur écart-type relatif (RSD), le coefficient de détermination  $R^2$  de la régression qui a servi au dosage des échantillons fortifiés ainsi que le range de cette droite et enfin la LOQ.

**Tableau 15. Résultats de la validation pour le glyphosate et l'AMPA dans le sol.**

Substance active	Transition	Niveau de fortification ( $\mu\text{g.kg}^{-1}$ )	Taux de récupération (%) (n=5)	RSD (%)	Droite de calibration ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )			LOQ ( $\mu\text{g.kg}^{-1}$ )
					$R^2$	ref bas	ref haut	
glyphosate	168>63	50	73	7,2	0,995	10	500	40
		10	80	2,9				
		5	93	3,3				
AMPA	110>79	50	55	8,6	0,996	5	500	50
		10	52	4,4				
		5	51	3,7				

Il a été choisi de prendre comme base de référence les critères de validation fixés par le document EU SANTE/11312/2021 v2. Ces critères sont respectés pour le glyphosate. Pour l'AMPA, les taux de récupération des 3 niveaux de fortification sont inférieurs à 70% mais leur RSD est inférieur à 20%, ces analyses sont donc répétables. Cette méthode ne peut donc pas être considérée comme quantitative pour l'AMPA mais les valeurs obtenues peuvent être considérées comme semi-quantitative pour l'analyse de sol.

Dans l'eau, la LOQ pour le glyphosate est de 0,5  $\mu\text{g.L}^{-1}$  et de 0,2  $\mu\text{g.L}^{-1}$  pour l'AMPA.

## 13.4 Méthodes d'analyses multi résidus dans l'eau

Au cours du projet, 4 méthodes d'analyses dans l'eau ont été développées et utilisées. La première méthode, pour l'analyse du glyphosate et de son métabolite l'AMPA, a été développée sur la LC-MS/MS 5500QTRAP ABSciex. Les trois autres méthodes ont été développées sur le LC-HRMS X500R QToF ABSciex et leurs détails est donné ci-dessous.

### 13.4.1 Réactifs et solvants utilisés pour l'analyse d'eau

Le méthanol grade ULC-MS a été acheté chez Biosolve (Dieuze, France). L'eau ultrapure (résistivité 18.2  $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ) est obtenue par un système MilliQ (EMD Millipore, USA). Les standards analytiques des substances actives étudiées sont achetés chez Sigma Aldrich (Darmstadt, Germany) et chez HPC Standards GmbH (Cunnersdorf, Hollande) ; ils ont tous une pureté  $\geq 97\%$ . Les solutions stocks sont préparées dans l'acétone ou le méthanol et conservées congélateur à  $-18^\circ\text{C}$ . Les solutions intermédiaires sont préparées par dilution dans de l'eau juste avant utilisation.

### 13.4.2 Préparation des échantillons d'eau avant analyse

Quelle que soit la méthode, les échantillons d'eau sont stockés au frigo à 4°C avant analyse. Ils sont centrifugés 15 min à 4°C et 4800 rcf pour limiter les matières en suspension puis filtré et mis en vial avant d'être injectés.

### 13.4.3 Préparation des droites de calibration des méthodes d'analyse d'eau

Les solutions stocks de chacune des 83 molécules ci-dessous sont réalisées selon le tableau 16.

Tableau 16. Standards analytiques utilisés dans l'ensemble des méthodes eau.

Substance active	Application	Formule Brute	Pureté (%)	Pesée (mg)	Solvant	Volume (mL)
2,6-dichlorobenzamide	Metabolite	C <sub>7</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>2</sub> NO	99,90	21,8	Acétone	20
aconifen	Herbicide	C <sub>12</sub> H <sub>9</sub> ClN <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	99,0	20,5	Acétone	20
azoxystrobine	Fongicide	C <sub>22</sub> H <sub>17</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub>	99,5	20,4	Acétone	20
bentazone	Herbicide	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O <sub>3</sub> S	99,9	19,7	Acétone	20
benzovindylflupyr	Fongicide	C <sub>18</sub> H <sub>15</sub> Cl <sub>2</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O	99,50	10,1	Acétone	20
bixafen	Fongicide	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> Cl <sub>2</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O	99,73	20,4	Acétone	20
boscalid	Fongicide	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O	99,80	19,9	Acétone	20
chlorantraniliprole	Insecticide	C <sub>18</sub> H <sub>14</sub> BrCl <sub>2</sub> N <sub>5</sub> O <sub>2</sub>	97,63	21,0	Acétone	20
chloridazon	Herbicide	C <sub>10</sub> H <sub>8</sub> ClN <sub>3</sub> O	98,7	19,8	Méthanol	20
chlortoluron	Herbicide	C <sub>10</sub> H <sub>13</sub> ClN <sub>2</sub> O	98,6	20,2	Acétone	20
clomazone	Herbicide	C <sub>12</sub> H <sub>14</sub> ClNO <sub>2</sub>	99,4	17,5	Acétone	20
clopyralide	Herbicide	C <sub>6</sub> H <sub>3</sub> Cl <sub>2</sub> NO <sub>2</sub>	99,7	19,7	Acétone	20
cloquintocet mexyl	Herbicide safner	C <sub>18</sub> H <sub>22</sub> ClNO <sub>3</sub>	99,00	20,1	Acétone	20
clothianidin	Insecticide	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> ClN <sub>5</sub> O <sub>2</sub> S	99,00	19,7	Acétone	20
cytraniliprole	Insecticide	C <sub>19</sub> H <sub>14</sub> BrClN <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	95,13	20,5	Acétone	20
cymoxanil	Fongicide	C <sub>7</sub> H <sub>10</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub>	99,9	19,6	Acétone	20
cyproconazole	Fongicide	C <sub>15</sub> H <sub>18</sub> ClN <sub>3</sub> O	99,9	20,3	Acétone	20
cyprodinil	Fongicide	C <sub>14</sub> H <sub>15</sub> N <sub>3</sub>	99,0	19,8	Acétone	20
desmediphame+phenmediphame	Herbicide	C <sub>16</sub> H <sub>16</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	99,0	19,7	Acétone	20
desphenyl-chloridazon	Metabolite	C <sub>4</sub> H <sub>4</sub> ClN <sub>3</sub> O	99,70	3,9	Méthanol	20
difenoconazole	Fongicide	C <sub>19</sub> H <sub>17</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub>	99,8	20,1	Acétone	20
diflufenican	Herbicide	C <sub>19</sub> H <sub>11</sub> F <sub>5</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	98,9	19,8	Acétone	20
dimethamide-P	Herbicide	C <sub>12</sub> H <sub>18</sub> ClNO <sub>2</sub> S	99,6	25,2	Acétone	20
dimethomorphe	Fongicide	C <sub>21</sub> H <sub>22</sub> ClNO <sub>4</sub>	98,2	20,2	Acétone	20
epoxiconazole	Fongicide	C <sub>17</sub> H <sub>13</sub> ClFN <sub>3</sub> O	99,9	19,8	Acétone	20
ethofumesate	Herbicide	C <sub>13</sub> H <sub>18</sub> O <sub>5</sub> S	98,5	20,2	Acétone	20
fenpropidine	Fongicide	C <sub>19</sub> H <sub>31</sub> N	98,0	20,4	Acétone	20
florasulam	Herbicide	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> F <sub>3</sub> N <sub>5</sub> O <sub>3</sub> S	99,0	20,0	Acétone	20
fluazifop-P	Herbicide	C <sub>15</sub> H <sub>12</sub> F <sub>3</sub> NO <sub>4</sub>	99,0	19,9	Acétone	20

<b>fluazifop-P-butyl</b>	Herbicide	C <sub>19</sub> H <sub>20</sub> F <sub>3</sub> NO <sub>4</sub>	94,8	19,6	Acétone	20
<b>fluaziname</b>	Fungicide	C <sub>13</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub> F <sub>6</sub> N <sub>4</sub> O <sub>4</sub>	98,4	20,6	Acétone	20
<b>flufenacet</b>	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>13</sub> F <sub>4</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S	99,10	19,8	Acétone	20
<b>fluopyram</b>	Fungicide	C <sub>16</sub> H <sub>11</sub> ClF <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O	99,90	20,2	Acétone	20
<b>flurtamone</b>	Herbicide	C <sub>18</sub> H <sub>14</sub> F <sub>3</sub> NO <sub>2</sub>	99,9	20,2	Acétone	20
<b>flutolanil</b>	Fungicide	C <sub>17</sub> H <sub>16</sub> F <sub>3</sub> NO <sub>2</sub>	99,80	19,9	Acétone	20
<b>flutriafol</b>	Fungicide	C <sub>16</sub> H <sub>13</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O	98,2	20,1	Acétone	20
<b>fluxapyroxad</b>	Fungicide	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> F <sub>5</sub> N <sub>3</sub> O	99,90	20,1	Acétone	20
<b>halauxifen-methyl</b>	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>11</sub> Cl <sub>2</sub> FN <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	99,29	4,9	ACN	50
<b>imidacloprid</b>	Insecticide	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> ClN <sub>5</sub> O <sub>2</sub>	99,8	20,2	Acétone	20
<b>inpyrfluxam</b>	Fungicide	C <sub>18</sub> H <sub>21</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O	99,90	20,1	Acétone	20
<b>iodosulfuron-methyl</b>	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>14</sub> IN <sub>5</sub> O <sub>6</sub> S	91,8	19,8	Acétone	20
<b>isofetamid</b>	Fungicide	C <sub>20</sub> H <sub>25</sub> NO <sub>3</sub> S	99,90	10,0	Acétone	20
<b>isoproturon</b>	Herbicide	C <sub>12</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> O	99,0	20,7	Acétone	20
<b>isopyrazam</b>	Fungicide	C <sub>20</sub> H <sub>23</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O	99,90	19,9	Acétone	20
<b>isoxaben</b>	Herbicide	C <sub>18</sub> H <sub>24</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	98,6	20,9	Acétone	20
<b>mefenpyr-diethyl</b>	Safener	C <sub>16</sub> H <sub>18</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	99,7	19,8	Acétone	20
<b>mefentrifluconazole</b>	Fungicide	C <sub>18</sub> H <sub>15</sub> ClF <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub>	99,01	20,3	Acétone	20
<b>mesosulfuron methyl</b>	Herbicide	C <sub>17</sub> H <sub>21</sub> N <sub>5</sub> O <sub>9</sub> S <sub>2</sub>	99,4	20,1	Acétone	20
<b>mesotrione</b>	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>13</sub> NO <sub>7</sub> S	99,0	20,6	Acétone	20
<b>metamitron</b>	Herbicide	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> N <sub>4</sub> O	99,0	21,4	Acétone	20
<b>metazachlore</b>	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>16</sub> ClN <sub>3</sub> O	99,6	19,7	Acétone	20
<b>metazachlore ESA</b>	Metabolite	C <sub>14</sub> H <sub>17</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub> S	99,8	6,4	20% acétone 80% eau	25
<b>metconazole</b>	Fungicide	C <sub>17</sub> H <sub>22</sub> ClN <sub>3</sub> O	99,9	20,1	Acétone	20
<b>metolachlor</b>	Herbicide	C <sub>15</sub> H <sub>22</sub> ClNO <sub>2</sub>	98,90	22,2	Acétone	20
<b>metolachlore ESA</b>	Metabolite	C <sub>15</sub> H <sub>23</sub> NO <sub>5</sub> S	99,9	2,2	Eau	20
<b>metsulfuron methyl</b>	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>15</sub> N <sub>5</sub> O <sub>6</sub> S	99,4	20,1	Acétone	20
<b>nicosulfuron</b>	Herbicide	C <sub>15</sub> H <sub>18</sub> N <sub>6</sub> O <sub>6</sub> S	97,2	20,2	Acétone	20
<b>pendimethaline</b>	Herbicide	C <sub>13</sub> H <sub>19</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	99,0	20,7	Acétone	20
<b>penflufen</b>	Fungicide	C <sub>18</sub> H <sub>24</sub> FN <sub>3</sub> O	99,80	21,2	Acétone	20
<b>penthiopyrad</b>	Fungicide	C <sub>16</sub> H <sub>20</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> OS	99,90	19,5	Acétone	20
<b>phenmedipham</b>	Herbicide	C <sub>16</sub> H <sub>16</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	99,00	20,1	Acétone	20
<b>picolinafen</b>	Herbicide	C <sub>19</sub> H <sub>12</sub> F <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	99,9	20,2	Acétone	20
<b>picoxystrobine</b>	Fungicide	C <sub>18</sub> H <sub>16</sub> F <sub>3</sub> NO <sub>4</sub>	99,0	20,6	Acétone	20
<b>pirimicarbe</b>	Insecticide	C <sub>11</sub> H <sub>18</sub> N <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	99,6	20,0	Acétone	20
<b>prochloraz</b>	Fungicide	C <sub>15</sub> H <sub>16</sub> Cl <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub>	99,2	20,1	Acétone	20
<b>propaquizafop</b>	Herbicide	C <sub>22</sub> H <sub>22</sub> ClN <sub>3</sub> O <sub>5</sub>	99,30	20,6	Acétone	20
<b>propiconazole</b>	Fungicide	C <sub>15</sub> H <sub>17</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub>	99,1	23,2	Acétone	20
<b>prosulfocarb</b>	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>21</sub> NOS	99,70	20,8	Acétone	20
<b>pydiflumetofen</b>	Fungicide	C <sub>16</sub> H <sub>16</sub> Cl <sub>3</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub>	99,90	9,2	Acétone	20
<b>pyraclostrobin</b>	Fungicide	C <sub>14</sub> H <sub>15</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>3</sub> OS	99,90	19,6	Acétone	20
<b>pyraflufen ethyl</b>	Herbicide	C <sub>13</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>2</sub> F <sub>3</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	99,44	20,0	Acétone	20

<b>pyroxsulam</b>	Herbicide	C <sub>19</sub> H <sub>18</sub> ClN <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	99,9	24,8	Acétone	20
<b>quinoxifene</b>	Fungicide	C <sub>14</sub> H <sub>13</sub> F <sub>3</sub> N <sub>6</sub> O <sub>5</sub> S	99,9	21,9	Acétone	20
<b>quizalofop</b>	Metabolite	C <sub>15</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>2</sub> FNO	98,4	19,7	Acétone	20
<b>quizalofop-P-ethyl</b>	Herbicide	C <sub>17</sub> H <sub>13</sub> ClN <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	98,4	19,7	Acétone	20
<b>sedaxane</b>	Fungicide	C <sub>18</sub> H <sub>19</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O	88,90	22,2	Acétone	20
<b>sulfoxaflor</b>	Insecticide	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> OS	99,40	9,5	Acétone	20
<b>terbuthylazine</b>	Herbicide	C <sub>19</sub> H <sub>17</sub> ClN <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	98,7	20,1	Acétone	20
<b>thiacloprid</b>	Insecticide	C <sub>9</sub> H <sub>16</sub> ClN <sub>5</sub>	99,5	20,5	Acétone	20
<b>thiametoxame</b>	Insecticide	C <sub>10</sub> H <sub>9</sub> ClN <sub>4</sub> S	99,7	20,4	Acétone	20
<b>trifloxystrobine</b>	Fungicide	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> ClN <sub>5</sub> O <sub>3</sub> S	99,2	20,7	Acétone	20
<b>trisulfuron-methyl</b>	Herbicide	C <sub>20</sub> H <sub>19</sub> F <sub>3</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	99,0	21,9	Acétone	20
<b>XDE-208 Urea (métabolite du sulfoxaflor)</b>	Metabolite	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S	97,26	9,7	Acétone	20

Des solutions de référence en solvant et en matrice (eau récupérée dans un lysimètre de Hesbaye) ont été injectées et les aires de pics ont été comparées. Vu l'absence de différence entre les références en solvant ou en matrice, la quantification des molécules présentes dans les échantillons se fait à partir de solution de référence préparées dans de l'eau MilliQ.

Pour la droite de calibration, les solutions de référence en eau de C à K préparées dans le tableau 17 sont utilisées. 100 µl de ces solutions sont dilués dans 900 µL d'eaux MilliQ afin d'obtenir des concentrations de 0,5, 0,2, 0,1, 0,05, 0,02, 0,01, 0,005, 0,002 et 0,001 µg.L<sup>-1</sup>.

**Tableau 17. Dilutions réalisées à partir des solutions STOCK.**

Solution finale	Volume de Prélèvement (mL)	Solution prélevée	Volume Final (mL)	Concentration Finale (µg.L <sup>-1</sup> )
STOCK	-	-	20	1 000 000
A	0,1	STOCK	1000	10
B	0,1	A	1	1
C	0,5	B	1	0,5
D	0,2	B	1	0,2
E	0,1	B	1	0,1
F	0,1	C	1	0,05
G	0,1	D	1	0,02
H	0,1	E	1	0,01
I	0,1	F	1	0,005
J	0,1	G	1	0,002
K	0,1	H	1	0,001

#### 13.4.4 Méthodes analytiques par LC-HRMS dans l'eau

✓ Méthode Multi résidus eau 1 et bentazone

▪ Paramètres chromatographiques

- LC : Nexera X2™ Shimadzu

- Autosampler : SIL-30AC Shimadzu

- Pump : LC-30AD Shimadzu
- Column oven : CTO-30AC Shimadzu
- Detector : X500R Time-Of-Flight Mass Spectrometer (Q-TOF) ABSciex
- Software of integration : Sciex OS 1.3.1
- Column : Waters ACQUITY UPLC™ HSS T3, 100 mm x 2,1 mm i.d., 1,8 µm particle size
- Phase mobile :
  - A: eau, U-LC reagent grade 90 %, methanol 10% with 0,1% formic acid and 5mM ammonium formate
  - B : methanol with 0,1% formic acid, U-LC reagent grade
- Tray temperature : 4°C
- Débit : 0,3 mL.min<sup>-1</sup>.
- Gradient :

Temps	Phase mobile	
	% A	% B
0 min	95	5
0,5 min	95	5
11 min	0	100
15 min	0	100
15,5 min	95	5
22 min	95	5

- Température de la colonne : 40 °C.
- Volume d'injection : 10 µL.

- Paramètres spectrométriques

La première méthode est en électrospray positif, la seconde en négatif.

- Ionisation : positive electrospray (ESI +) méthode multi résidus eau 1

- Source:

Ion spray voltage : 5500 V  
 Curtain gas (cone gas): 20 psi (air)  
 Nebulisation gas flow (probe): 60 psi (air)  
 Desolvation gas flow (ceramic): 60 psi (air)  
 Temperature: 550°C

- TOF MS

Declustering potential: 70 V  
 Collision energy (CE): 5 V  
 Collision energy spread: 0 V  
 TOF start mass: 70 Da  
 TOF stop mass: 1000 Da  
 Accumulation time: 0,3 s

- Ionization : negative electrospray (ESI -) méthode bentazone

- Source:

Ion spray voltage: -4500 V  
 Curtain gas (cone gas): 20 psi (air)  
 Nebulisation gas flow (probe): 50 psi (air)  
 Desolvation gas flow (ceramic): 50 psi (air)  
 Temperature: 550°C

○ TOF MS

Declustering potential: -80 V

Collision energy (CE): -5 V

Collision energy spread: 0 V

TOF start mass: 100 Da

TOF stop mass: 500 Da

Accumulation time: 0,3 s

**Tableau 18. Paramètres spectrométriques pour les molécules suivies dans les méthodes multi résidus eau 1 et bentazone.**

<b>ESI POSITIF (multi résidu eau 1)</b>							
	<b>CAS</b>	<b>Temps de rétention (min)</b>	<b>Masse molaire (g.mol<sup>-1</sup>)</b>		<b>CAS</b>	<b>Temps de rétention (min)</b>	<b>Masse molaire (g.mol<sup>-1</sup>)</b>
<b>2,6-dichlorobenzamide</b>	2008-58-4	6,72	190,023	<b>mesosulfuron methyl</b>	208465-21-8	11,81	503,0781
<b>aconifin</b>	74070-46-5	13,64	264,665	<b>mesotrione</b>	104206-82-8	9,78	339,0413
<b>azoxystrobine</b>	131860-33-8	12,55	403,394	<b>metamitron</b>	41394-05-2	8,58	202,0855
<b>chloridazon</b>	1698-60-8	8,91	221,0356	<b>metazachlore</b>	67129-08-2	12,04	277,0982
<b>chlortoluron</b>	15545-48-9	11,74	212,677	<b>metconazole</b>	125116-23-6	13,95	319,1451
<b>clomazone</b>	81777-89-1	12,49	239,0713	<b>metolachlore</b>	51218-45-2	13,55	283,1339
<b>clopyralide</b>	1702-17-6	3,59	190,9541	<b>metsulfuron methyl</b>	74223-64-6	11,06	381,0743
<b>cloquintocet-mexyl</b>	99607-70-2	14,63	335,1288	<b>nicosulfuron</b>	111991-09-4	10,91	410,1009
<b>clothianidine</b>	210880-92-5	8,17	249,0087	<b>pendimethaline</b>	40487-42-1	14,87	281,312
<b>cymoxanil</b>	57966-95-7	9,34	198,182	<b>picolinafen</b>	137641-05-5	14,51	376,311
<b>cyproconazole</b>	94361-06-5	13,19	291,779	<b>picoxystrobine</b>	117428-22-5	13,49	367,324
<b>cyprodinil</b>	121552-61-2	13,42	225,295	<b>pirimicarbe</b>	23103-98-2	10,43	238,291
<b>desmediphame+phenmediphame</b>	13684-56-5	12,34	300,1110	<b>prochloraz</b>	67747-09-5	13,81	376,662
<b>difenoconazole</b>	119446-68-3	14,09	405,0647	<b>propiconazole</b>	60207-90-1	13,84	341,0698
<b>diflufenican</b>	83164-33-4	14,16	394,301	<b>prosulcarb</b>	52888-80-9	14,41	251,388
<b>dimethamide-P</b>	163515-14-8	12,88	275,0747	<b>prothioconazole</b>	178928-70-6	12,91	343,0313
<b>dimethomorphe</b>	110488-70-5	12,89	387,86	<b>pyraclostrobine</b>	175013-18-0	13,9	387,82
<b>epoxiconazole</b>	106325-08-0	13,37	329,0731	<b>pyroxsulam</b>	422556-08-9	10,94	434,35
<b>ethofumesate</b>	26225-79-6	12,63	286,0875	<b>quinoxifene</b>	124495-18-7	14,78	308,133
<b>fenpropidine</b>	67306-00-7	12,06	273,464	<b>quizalofop</b>	76578-12-6	13,58	344,751
<b>florasulam</b>	145701-23-1	9,96	359,0300	<b>quizalofop-P-ethyl</b>	100646-51-3	14,48	372,0877
<b>fluazifop-P</b>	83066-88-0	12,77	327,0718	<b>terbuthylazine</b>	5915-41-3	12,87	229,1094
<b>fluazifop-P-butyl</b>	79241-46-6	14,44	383,1344	<b>thiacloprid</b>	111988-49-9	9,5	252,72
<b>fluazimam</b>	79622-59-6	14,55	465,089	<b>thiametoxame</b>	153719-23-4	6,76	291,0193
<b>flufenacet</b>	142459-58-3	13,3	363,0665	<b>trifloxystrobin</b>	141517-21-7	14,18	408,377
<b>flurtamone</b>	96525-23-4	12,62	333,31	<b>trisulfuron-méthyl</b>	126535-15-7	12,84	492,1039

<b>flutriafol</b>	76674-21-0	11,87	301,297	<b>desphenyl-chloridazon</b>	6339-19-1	1,54	145,546
<b>imidacloprid</b>	138261-41-3	8,13	255,0523	<b>ESI NEGATIF (bentazone)</b>			
<b>iodosulfuron-methyl</b>	144550-36-7	12,41	492,9553	<b>bentazone</b>	25057-89-0	12,63	240,0569
<b>isoproturon</b>	34123-59-6	12,04	206,1419	<b>metazachlore ESA</b>	172960-62-2	8,91	323,367
<b>isoxaben</b>	82558-50-7	12,85	332,4	<b>metolachlore ESA</b>	171118-09-5	11,31	329,411
<b>mefenpyr-diethyl</b>	135590-91-9	13,92	373,23				

✓ Méthode multi résidus eau 2

▪ Paramètres chromatographiques

- LC : Nexera X2TM Shimadzu
- Autosampler : SIL-30AC Shimadzu
- Pump : LC-30AD Shimadzu
- Column oven : CTO-30AC Shimadzu
- Detector : X500R Time-Of-Flight Mass Spectrometer (Q-TOF) ABSciex
- Software of integration : Sciex OS 1.3.1
- Colum : Waters ACQUITY UPLC™ HSS T3, 100 mm x 2.1 mm i.d., 1.8 µm particle size
- Phase mobile :  
A: eau, U-LC reagent grade 90 %, methanol 10% with 0.1% formic acid and 5mM ammonium formate  
B : methanol with 0.1% formic acid, U-LC reagent grade
- Tray temperature : 4°C
- Débit : 0,3 mL.min<sup>-1</sup>.
- Gradient :

Temps	Phase mobile	
	% A	% B
0 min	95	5
0,50 min	95	5
8 min	0	100
11 min	0	100
11,50 min	95	5
18 min	95	5

- Température de la colonne : 40 °C.
- Volume d'injection : 10 µL.

▪ Paramètres spectrométriques

○ Source

- Ion spray voltage : 5500 V
- Curtain gas (cone gas): 30 psi (air)
- Nebulisation gas flow (probe): 60 psi (air)
- Desolvation gas flow (ceramic): 60 psi (air)
- Temperature: 550°C

○ TOF MS

- Declustering potential: 70 V

- Collision energy (CE): 5 V
- Collision energy spread: 0 V
- TOF start mass: 70 Da
- TOF stop mass: 620 Da
- Accumulation time: 0,3 s

Tableau 19. Paramètres spectrométriques pour les molécules suivies dans la méthode multi résidus eau 2.

	CAS	Temps de rétention (min)	Masse molaire (g.mol <sup>-1</sup> )		CAS	Temps de rétention (min)	Masse molaire (g.mol <sup>-1</sup> )
<b>2,6 dichlorobenzamide</b>	124426-49-9	4,44	189,9821	<b>inpyrfluxam</b>	1352994-67-2	8,28	334,1725
<b>aclonifen</b>	74070-46-5	8,51	265,0374	<b>isofetamid</b>	875915-78-9	8,22	360,1628
<b>benzovindiflupyr</b>	1072957-71-1	8,51	398,0633	<b>isopyrazam</b>	881685-58-1	8,82	360,1882
<b>bixafen</b>	581809-46-3	8,38	414,0382	<b>mefentrifluconazole</b>	1417782-03-6	8,55	398,0878
<b>boscalid</b>	188425-85-6	7,89	343,0399	<b>metamitron</b>	41394-05-2	5,32	203,0927
<b>chlorantraniliprole</b>	500008-45-7	7,59	481,9781	<b>metolachlor</b>	51218-45-2	8,44	284,1412
<b>chloridazon</b>	1698-60-8	5,48	222,0429	<b>metsulfuron methyl</b>	74223-64-6	6,7	382,0816
<b>clomazone</b>	81777-89-1	7,7	240,0786	<b>penflufen</b>	494793-67-8	8,5	318,1976
<b>cloquintocet mexyl</b>	99607-70-2	9,23	336,1361	<b>penthioopyrad</b>	183675-82-3	8,46	360,1352
<b>clothianidin</b>	210880-92-5	5,01	250,0160	<b>phenmedipham</b>	13684-63-4	7,55	301,1183
<b>cyantraniliprole</b>	736994-63-1	7,01	473,0123	<b>propaquizafoxop</b>	111479-05-1	9,19	444,1321
<b>difenoconazole</b>	119446-68-3	8,81	406,0720	<b>prosulfocarb</b>	52888-80-9	9,06	252,1417
<b>epoxiconazole</b>	135319-73-2	8,29	330,0804	<b>pydiflumetofen</b>	1228284-64-7	8,83	426,0349
<b>ethofumesate</b>	26225-79-6	7,77	287,0948	<b>pyraclostrobin</b>	175013-18-0	8,66	388,1059
<b>florasulam</b>	145701-23-1	6,01	360,0373	<b>pyraflufen ethyl</b>	129630-19-9	8,52	413,0277
<b>flufenacet</b>	142459-58-3	8,22	364,0738	<b>sedaxane</b>	874967-67-6	8,06	332,1569
<b>fluopyram</b>	658066-35-4	8,12	397,0537	<b>sulfoxaflor</b>	946578-00-3	5,52	278,0569
<b>flutolanil</b>	66332-96-5	7,92	324,1206	<b>terbuthylazine</b>	5915-41-3	7,97	230,1167
<b>fluxapyroxad</b>	907204-31-3	7,92	382,0973	<b>XDE-208 Urea (métabolite du sulfoxaflor)</b>	-	4,86	296,0675
<b>halauxifen-methyl</b>	943831-98-9	7,77	345,0204	<b>desphenyl-chloridazon</b>	6339-19-1	1,49	146,0116

○ TOF MSMS

Tableau 9 bis. Paramètres spectrométriques pour les molécules suivies dans la méthode multi résidus eau 2.

	Precursor ion (Da)	fragment ion (Da)	Accumulation time (s)	Declustering potential (V)	Collision energy (V)
<b>isopyrazam</b>	360,19	244,0879	0,05	70	35
<b>benzovindiflupyr</b>	398,06	342,08	0,05	176	27
<b>mefentrifluconazole</b>	398,09	70,0399	0,05	131	63
<b>mefentrifluconazole</b>	398,09	182,0539	0,05	131	39
<b>cloquintocet-mexyl</b>	336,14	192,0213	0,05	56	37

<b>florasulam</b>	360,04	129,0394	0,05	80	29
<b>halauxifen-methyl</b>	345,02	250,0298	0,05	51	43
<b>metsulfuron-methyl</b>	382,08	199,007	0,05	70	27
<b>propaquizafop</b>	444,13	299,0573	0,05	99	31

### 13.4.5 Résultats de la validation des méthodes d'analyses dans l'eau

✓ Méthode multi résidus eau 1 et bentazone

Le tableau 20 ci-dessous donne les limites de détection et de quantification des molécules suivies dans les méthodes multi résidus eau 1 et bentazone.

Tableau 20. Limite de quantification et de détection dans l'eau pour les méthodes multi eau 1 et bentazone.

ESI POSITIF (multi résidu eau 1)				LOQ ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )	LOD ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )
	LOQ ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )	LOD ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )		LOQ ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )	LOD ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )
<b>2.6-dichlorobenzamide</b>	0,03	0,02	<b>mesosulfuron methyl</b>	0,02	0,01
<b>aclonifen</b>	0,09	0,03	<b>mesotrione</b>	0,14	0,08
<b>azoxystrobine</b>	0,01	0,005	<b>metamitron</b>	0,02	0,01
<b>chloridazon</b>	0,01	0,050	<b>metazachlore</b>	0,02	0,01
<b>chlortoluron</b>	0,01	0,005	<b>metconazole</b>	0,02	0,01
<b>clomazone</b>	0,03	0,02	<b>metolachlore</b>	0,02	0,01
<b>clopyralide</b>	0,6	0,3	<b>metsulfuron methyl</b>	0,01	0,005
<b>cloquintocet-mexyl</b>	non linéaire		<b>nicosulfuron</b>	0,01	0,005
<b>clothianidine</b>	0,04	0,02	<b>pendimethaline</b>	0,27	0,15
<b>cymoxanil</b>	0,50	0,3	<b>picolinafen</b>	0,60	0,30
<b>cyproconazole</b>	0,03	0,02	<b>picoxystrobine</b>	0,04	0,02
<b>cyprodinil</b>	0,01	0,005	<b>pirimicarbe</b>	0,01	0,005
<b>desmediphame+ phenmediphame</b>	0,40	0,20	<b>prochloraz</b>	0,02	0,01
<b>difenoconazole</b>	0,05	0,02	<b>propiconazole</b>	0,04	0,02
<b>diflufenican</b>	non linéaire		<b>prosulfocarbe</b>	0,02	0,01
<b>dimethamide-P</b>	0,04	0,02	<b>prothioconazole</b>	non linéaire	
<b>dimethomorphe</b>	0,22	0,10	<b>pyraclostrobine</b>	non linéaire	
<b>epoxiconazole</b>	0,05	0,02	<b>pyroxsulam</b>	0,01	0,005
<b>ethofumesate</b>	0,03	0,02	<b>quinoxifen</b>	0,13	0,07
<b>fenpropidine</b>	0,02	0,01	<b>quizalofop</b>	0,03	0,02
<b>florasulam</b>	0,03	0,01	<b>quizalofop-P-ethyl</b>	0,13	0,07
<b>fluazifop-P</b>	0,12	0,06	<b>terbutylazine</b>	0,05	0,02
<b>fluazifop-P-butyl</b>	0,01	0,005	<b>thiacloprid</b>	0,01	0,005
<b>fluazinam</b>	/		<b>thiametoxame</b>	0,02	0,01
<b>flufenacet</b>	0,04	0,01	<b>trifloxystrobin</b>	non linéaire	
<b>flurtamone</b>	0,01	0,005	<b>trisulfuron-methyl</b>	0,02	0,01
<b>flutriafol</b>	0,02	0,01	<b>desphenyl-chloridazon</b>	0,02	0,01
<b>imidacloprid</b>	0,03	0,01	<b>ESI NEGATIF (bentazone)</b>		

<b>iodosulfuron-methyl</b>	0,02	0,01	<b>bentazone</b>	0,01	0,005
<b>isoproturon</b>	0,01	0,005	<b>metazachlore ESA</b>	0,05	0,03
<b>isoxaben</b>	0,01	0,005	<b>metolachlore ESA</b>	0,04	0,02
<b>mefenpyr-diethyl</b>	0,02	0,01			

Sur les 65 molécules analysées dans l'eau, 12 ont une LOQ supérieure à 0,1 µg.L<sup>-1</sup> (en gris dans le tableau 20). Six molécules ne donnent pas une droite de calibration linéaire avec cette méthode et ne pourront donc pas être suivies, il s'agit du cloquintocet-mexyl, du diflufenican, du fluazinam, du prothioconazole, de la pyraclostrobine et de la trifloxystrobine.

✓ Méthode multi résidus eau 2

Le tableau 21 ci-dessous donne les limites de détection et de quantification pour la méthode multi résidus eau 2.

**Tableau 21. Limite de quantification et de détection dans l'eau pour la méthode multi eau 2.**

	<b>LOQ (µg.L<sup>-1</sup>)</b>	<b>LOD (µg.L<sup>-1</sup>)</b>		<b>LOQ (µg.L<sup>-1</sup>)</b>	<b>LOD (µg.L<sup>-1</sup>)</b>
<b>2,6 dichlorobenzamide</b>	0,10	0,03	<b>inpyrfluxam</b>	0,03	0,01
<b>aclonifen</b>	0,20	0,06	<b>isofetamid</b>	0,10	0,03
<b>benzovindylflupyr</b>	0,10	0,03	<b>isopyrazam</b>	0,10	0,03
<b>bixafen</b>	0,10	0,03	<b>mefentrifluconazole</b>	0,25	0,07
<b>boscalid</b>	0,10	0,03	<b>metamitron</b>	0,10	0,03
<b>chlorantraniliprole</b>	0,10	0,03	<b>metolachlor</b>	0,05	0,02
<b>chloridazon</b>	0,02	0,01	<b>metsulfuron methyl</b>	0,05	0,02
<b>clomazone</b>	0,05	0,02	<b>penflufen</b>	0,05	0,02
<b>cloquintocet mexyl</b>	0,10	0,03	<b>penthiopyrad</b>	0,05	0,02
<b>clothianidin</b>	0,10	0,03	<b>phenmedipham</b>	0,5	0,2
<b>cyantraniliprole</b>	0,20	0,06	<b>propaquizafop</b>	0,15	0,05
<b>difenoconazole</b>	0,05	0,02	<b>prosulfocarb</b>	0,05	0,02
<b>epoxiconazole</b>	0,05	0,02	<b>pydiflumetofen</b>	0,10	0,03
<b>ethofumesate</b>	0,10	0,03	<b>pyraclostrobin</b>	0,08	0,03
<b>florasulam</b>	0,15	0,05	<b>pyraflufen ethyl</b>	0,05	0,02
<b>flufenacet</b>	0,05	0,02	<b>sedaxane</b>	0,05	0,02
<b>fluopyram</b>	0,05	0,02	<b>sulfoxaflor</b>	2,00	1,2
<b>flutolanil</b>	0,05	0,02	<b>terbuthylazine</b>	0,05	0,02
<b>fluxapyroxad</b>	0,05	0,02	<b>XDE-208 Urea (métabolite du sulfoxaflor)</b>	0,10	0,03
<b>halauxifen-methyl</b>	0,05	0,02	<b>desphenyl-chloridazon</b>	0,05	0,02

Sur 40 molécules suivies dans cette méthode, sept ont une LOQ supérieure à 0,1 µg.L<sup>-1</sup>. Quinze molécules sont communes entre la méthode multi-résidus eau 1 et la méthode multi-résidus eau 2.

## 13.5 Méthodes d'analyse multi résidus dans le sol

### 13.5.1 Réactifs et solvants utilisés pour l'analyse des sols

L'acétonitrile et le méthanol grade ULC-MS ont été achetés chez Biosolve (Dieuze, France). L'eau ultrapure (résistivité 18.2 M $\Omega$ .cm) a été obtenue par un système MilliQ (EMD Millipore, USA). Les standards des substances actives étudiées ont été achetés chez Sigma Aldrich (Darmstadt, Germany) et chez HPC Standards GmbH (Cunnersdorf, Hollande). Ils ont tous une pureté  $\geq 97$  %. Les sachets de sels QuEChERS (Sachet individuel contenant 4 g MgSO<sub>4</sub>, 1 g NaCl, 0,5 g sodium citrate dibasic sesquihydrate, 1 g sodium citrate tribasic dihydrate) ont été achetés chez Biosolve (France). Les solutions stocks ont été préparées dans l'acétonitrile ou le méthanol et conservées au réfrigérateur à 4°C pendant une période de 3 mois. Les solutions intermédiaires sont préparées par dilution dans de l'acétonitrile juste avant utilisation.

### 13.5.2 Préparation et extraction des échantillons de sol

Quelle que soit la méthode analytique utilisée par la suite, la procédure d'extraction est la suivante (figure 12) : 5g de sol sont introduits dans un tube Falcon auxquels sont ajoutés 5 mL d'eau. Ce mélange est agité manuellement et laissé à macérer 30 min, puis 10 mL d'acétonitrile acidifié avec 2 % d'acide formique sont ajoutés. L'échantillon est à nouveau agité et laissé à macérer 30 min. Un sachet de sel QuEChERS est ensuite ajouté afin de sécher et de séparer les phases aqueuse et organique puis le tube est agité manuellement pendant une minute et centrifugé à 4800 rcf pendant 5 min à 4°C. Le surnageant (phase organique) est filtré à 0,2  $\mu$ m sur un filtre PTFE (polytétrafluoroéthylène dans vial avant d'être analysé.

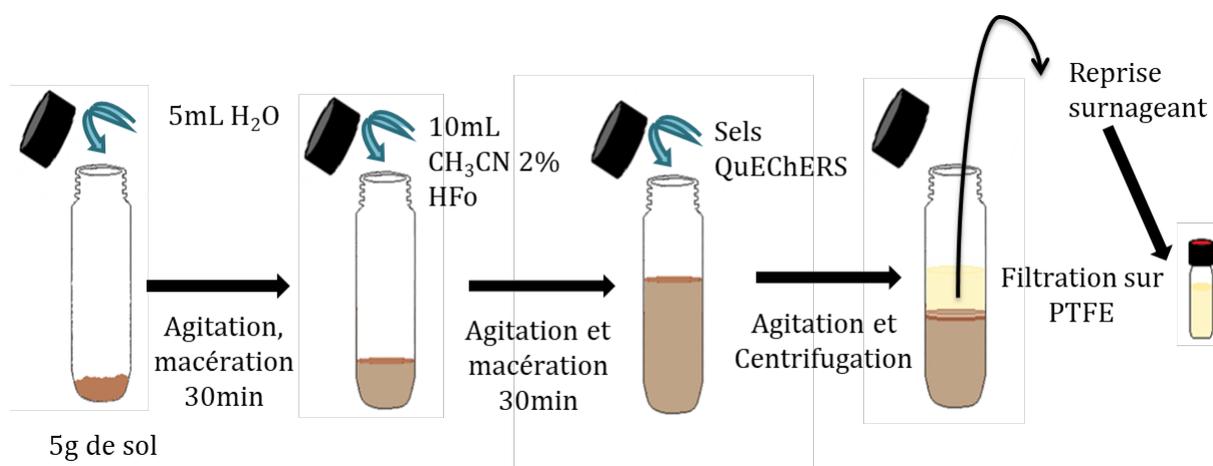


Figure 12. Schéma d'extraction des PPP dans un sol.

### 13.5.3 Préparation des droites de calibration des méthodes d'analyses de sol

L'ensemble des standards analytiques utilisés pour la validation des méthodes ainsi que pour la préparation des droites de calibration sont listées dans le tableau 22 ci-après.

Tableau 22. Standards analytiques utilisés dans l'ensemble des méthodes multi résidus sol.

Substance active	Application	Formule Brute	N° CAS	Pureté (%)	Pesée (mg)
2,6-dichlorobenzamide	Métabolite	C <sub>7</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>2</sub> NO	2008-58-4	99,99	21,8
aclonifen	Herbicide	C <sub>12</sub> H <sub>9</sub> ClN <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	74070-46-5	99,00	20,5
bentazone	Herbicide	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O <sub>3</sub> S	25057-89-0	99,90	19,7
benzovindylflupyr	Fongicide	C <sub>18</sub> H <sub>15</sub> Cl <sub>2</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O	1072957-71-1	99,50	10,1
bixafen	Fongicide	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> Cl <sub>2</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O	581809-46-3	99,73	20,4
boscalid	Fongicide	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>2</sub> O	188425-85-6	99,80	19,9
chlorantraniliprole	Insecticide	C <sub>19</sub> H <sub>14</sub> BrClN <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	500008-45-7	97,63	21,0
chloridazon	Herbicide	C <sub>10</sub> H <sub>8</sub> ClN <sub>3</sub> O	1698-60-8	98,70	19,8
clomazone	Herbicide	C <sub>12</sub> H <sub>14</sub> ClNO <sub>2</sub>	81777-89-1	99,40	17,5
cloquintocet-mexyl	Herbicide safner	C <sub>18</sub> H <sub>22</sub> ClNO <sub>3</sub>	99607-70-2	99,00	20,1
clothianidin	Insecticide	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> ClN <sub>5</sub> O <sub>2</sub> S	210880-92-5	99,00	19,7
cyantraniliprole	Insecticide	C <sub>19</sub> H <sub>14</sub> BrClN <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	736994-63-1	95,13	20,5
desmedipham	Herbicide	C <sub>16</sub> H <sub>16</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	13684-56-5	99,00	19,9
difenoconazole	Fongicide	C <sub>19</sub> H <sub>17</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub>	13684-56-5	99,80	20,1
dimethenamid-P	Herbicide	C <sub>12</sub> H <sub>18</sub> ClNO <sub>2</sub> S	87674-68-8	99,60	25,2
epoxiconazole	Fongicide	C <sub>17</sub> H <sub>13</sub> ClFN <sub>3</sub> O	106325-08-0	99,99	19,8
ethofumesate	Herbicide	C <sub>13</sub> H <sub>18</sub> O <sub>5</sub> S	26225-79-6	98,50	20,2
florasulam	Herbicide	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> F <sub>3</sub> N <sub>5</sub> O <sub>3</sub> S	145701-23-1	99,0	20,0
fluazifop-P	Herbicide	C <sub>15</sub> H <sub>12</sub> F <sub>3</sub> NO <sub>4</sub>	83066-88-0	99,0	10,2
fluazifop-P-butyl	Herbicide	C <sub>19</sub> H <sub>20</sub> F <sub>3</sub> NO <sub>4</sub>	79241-46-6	94,8	9,7
flufenacet	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>13</sub> F <sub>4</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S	142459-58-3	99,08	19,8
fluopyram	Fongicide	C <sub>16</sub> H <sub>11</sub> ClF <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O	658066-35-4	99,90	20,2
fluroxypyr	Herbicide	C <sub>7</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>2</sub> FN <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	69377-81-7	99,80	20,4
flutolanil	Fongicide	C <sub>17</sub> H <sub>16</sub> F <sub>3</sub> NO <sub>2</sub>	66332-96-5	99,80	19,9
fluxapyroxad	Fongicide	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> F <sub>5</sub> N <sub>3</sub> O	907204-31-3	99,90	20,1
halauxifen-methyl	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>11</sub> Cl <sub>2</sub> FN <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	943831-98-9	99,29	4,9
imidacloprid	Insecticide	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> ClN <sub>5</sub> O <sub>2</sub>	138261-41-3	99,5	10,3
inpyrfluxam	Fongicide	C <sub>18</sub> H <sub>21</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O	1352994-67-2	99,90	20,1
Iodosulfuron-methyl	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>14</sub> IN <sub>5</sub> O <sub>6</sub> S	144550-36-7	91,8	10,1
isofetamid	Fongicide	C <sub>20</sub> H <sub>25</sub> NO <sub>3</sub> S	875915-78-9	99,90	10,0
isoproturon	Herbicide	C <sub>12</sub> H <sub>18</sub> N <sub>2</sub> O	34123-59-6	99,0	10,0
isopyrazam	Fongicide	C <sub>20</sub> H <sub>23</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O	881685-58-1	99,90	19,9
mefenpyr-diethyl	Safener	C <sub>17</sub> H <sub>21</sub> N <sub>5</sub> O <sub>9</sub> S <sub>2</sub>	135590-91-9	99,7	10,6
mefentrifluconazole	Fongicide	C <sub>18</sub> H <sub>15</sub> ClF <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub>	1417782-03-6	99,01	20,3
mesosulfuron-methyl	Herbicide	C <sub>17</sub> H <sub>21</sub> N <sub>5</sub> O <sub>9</sub> S <sub>2</sub>	208465-21-8	98,0	10,2
mesotrione	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>13</sub> NO <sub>7</sub> S	104206-82-8	99,0	10,2
metamitron	Herbicide	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> N <sub>4</sub> O	41394-05-2	99,00	21,4
metazachlore	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>16</sub> ClN <sub>3</sub> O	67129-08-2	99,6	10,2

Substance active	Application	Formule Brute	N° CAS	Pureté (%)	Pesée (mg)
metconazole	Fongicide	C <sub>17</sub> H <sub>22</sub> ClN <sub>3</sub> O	125116-23-6	99,8	10,3
metolachlor	Herbicide	C <sub>15</sub> H <sub>22</sub> ClNO <sub>2</sub>	51218-45-2	98,90	22,2
metsulfuron-methyl	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>15</sub> N <sub>5</sub> O <sub>6</sub> S	74223-64-6	99,4	20,1
nicosulfuron	Herbicide	C <sub>15</sub> H <sub>18</sub> N <sub>6</sub> O <sub>6</sub> S	111991-09-4	97,2	13,8
penflufen	Fongicide	C <sub>18</sub> H <sub>24</sub> FN <sub>3</sub> O	494793-67-8	99,80	21,2
penthiopyrad	Fongicide	C <sub>16</sub> H <sub>20</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> OS	183675-82-3	99,90	19,5
phenmedipham	Herbicide	C <sub>16</sub> H <sub>16</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	13684-63-4	99,00	20,1
propaquizafop	Herbicide	C <sub>22</sub> H <sub>22</sub> ClN <sub>3</sub> O <sub>5</sub>	111479-05-1	99,30	20,6
propiconazole	Fongicide	C <sub>15</sub> H <sub>17</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub>	60207-90-1	99,0	11,2
prosulfocarb	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>21</sub> NOS	52888-80-9	99,70	20,8
pydiflumetofen	Fongicide	C <sub>16</sub> H <sub>16</sub> Cl <sub>3</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub>	1228284-64-7	99,90	9,2
pyraclostrobin	Fongicide	C <sub>19</sub> H <sub>18</sub> ClN <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	175013-18-0	99,90	19,6
pyraflufen-ethyl	Herbicide	C <sub>13</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>2</sub> F <sub>3</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>		99,44	20,0
pyroxsulam	Herbicide	C <sub>14</sub> H <sub>13</sub> F <sub>3</sub> N <sub>6</sub> O <sub>5</sub> S	422556-08-9	99,9	10,0
quizalofop	Metabolite	C <sub>17</sub> H <sub>13</sub> ClN <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	76578-12-6	98,4	10,2
quizalofop-P-ethyl	Herbicide	C <sub>19</sub> H <sub>17</sub> ClN <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	100646-51-3	98,4	10,4
sedaxane	Fongicide	C <sub>18</sub> H <sub>19</sub> F <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O	874967-67-6	88,90	22,2
sulfoxaflor	Insecticide	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> OS	946578-00-3	99,40	9,5
terbuthylazine	Herbicide	C <sub>9</sub> H <sub>16</sub> ClN <sub>5</sub>	5915-41-3	98,69	20,1
thiamethoxame	Insecticide	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> ClN <sub>5</sub> O <sub>3</sub> S	153719-23-4	99,2	10,5
triflurosulfuron-methyl	Herbicide	C <sub>17</sub> H <sub>19</sub> F <sub>3</sub> N <sub>6</sub> O <sub>6</sub> S	126535-15-7	99,0	10,6
XDE-208 Urea (métabolite sulfoxaflor)	Métabolite	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> F <sub>3</sub> NO <sub>2</sub> S		97,26	9,7

✓ Méthode multi résidus sol 1

Une solution STOCK de chaque molécule est préparée en solubilisant ± 10 mg de substance active dans 50 mL d'acétonitrile ou de méthanol (tableau 22). La solution STOCK A correspond à la solution contenant toutes les molécules d'intérêt.

La droite de calibration en matrice est réalisée à partir des solutions standards de B à I diluées 10 fois (tableau 23) avec comme solvant de dilution l'extrait témoin récupéré après extraction du sol de référence selon la procédure décrite à la figure 12.

**Tableau 23. Dilutions réalisées à partir des solutions STOCK pour les analyses multi résidus 1.**

Solution finale	Volume de prélèvement (mL)	Solution prélevée	Volume final (mL)	Concentration finale (µg. L <sup>-1</sup> )	Concentration en matrice (µg.L <sup>-1</sup> )
STOCK	-	-	50		
A	1	STOCK	100		
B	25	A	50	1000	100
C	12,5	A	50	500	50
D	5	A	50	200	20

E	5	B	50	100	10
F	5	C	50	50	5
G	5	D	50	20	2
H	5	E	50	10	1
I	5	F	50	5	0,5
J	5	G	50	2	0,2
K	5	H	50	1	0,1

Pour l'évaluation des taux de récupération (ajouts dosés), 500 µL d'une solution mixte sont ajoutés à 5 g de sol de référence (témoin). 3 concentrations sont utilisées, 500 ; 100 et 10 µg.L<sup>-1</sup> pour le dopage du sol, ce qui correspond à une concentration finale dans le sol de 50 ; 10 et 1 µg.kg<sup>-1</sup>.

✓ Méthode bentazone sol

La solution STOCK et les solutions de dilution utilisées pour l'analyse de la bentazone dans les sols sont réalisées selon le tableau 24 ci-dessous.

**Tableau 24. Dilutions réalisées à partir des solutions STOCK pour les analyses bentazone.**

Solution finale	Volume de prélèvement (mL)	Solution prélevée	Volume final (mL)	Concentration finale (µg. L <sup>-1</sup> )	Concentration en matrice (µg.L <sup>-1</sup> )
STOCK	-	-	20		
A	0,1	STOCK	100	1000	100
B	25	A	50	500	50
C	10	A	50	200	20
D	5	A	50	100	10
E	5	B	50	50	5
F	5	C	50	20	2
G	5	D	50	10	1
H	5	E	50	5	0,5
I	5	F	50	2	0,2
J	5	G	50	1	0,1

✓ Méthodes Herbicides 2021

**Tableau 25. Dilutions réalisées à partir des solutions STOCK pour les analyses herbicides 2021.**

Solution finale	Volume de prélèvement (mL)	Solution prélevée	Volume final (mL)	Concentration finale (µg.L <sup>-1</sup> )	Concentration en matrice (µg.L <sup>-1</sup> )
STOCK	-	-	20		
A	0,1	STOCK	100	1000	
B	25	A	50	100	10
C	10	A	50	50	5
D	1	A	50	20	2
E	5	B	50	10	1
F	5	C	50	5	0,5
G	5	D	50	2	0,2
H	5	E	50	1	0,1
I	5	F	50	0,5	0,05
J	5	G	50	0,2	0,02
K	5	H	50	0,1	0,01

✓ Méthodes SDHI, Herbicides 2023 et Multi résidus sol 2

La méthode SDHI ainsi que la méthode herbicides 2023 reprennent les mêmes solutions stocks, la même droite de calibration et les mêmes paramètres chromatographiques et spectrométriques que la méthode multi résidus 2 qui a été développée après. Les paramètres de ces méthodes ne seront donc pas détaillés individuellement.

Les solutions STOCK sont préparées en solubilisant 10 ou 20 mg de substance active dans 20 mL d'acétone. La solution A (MIX) est préparée en ajoutant 100 ou 200 µL de chaque solution stock dans 100 mL d'acétonitrile pour obtenir une concentration de  $\pm 1000 \mu\text{g.L}^{-1}$  pour chaque molécule

La droite de calibration en matrice est réalisée à partir des solutions standards de B à I diluées 10 fois (tableau 26) avec comme solvant de dilution l'extrait témoin récupéré après extraction du sol de référence selon la procédure décrite à la figure 3.

**Tableau 26. Dilutions réalisées à partir des solutions STOCK pour les analyses multi résidus sol 2.**

Solution finale	Volume de prélèvement (mL)	Solution prélevée	Volume final (mL)	Concentration finale ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )	Concentration en matrice ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )
STOCK	-	-	20		
A	0,1 ou 0,2	STOCK	100		
B	5	STOCK	50	100	10
C	2,5	STOCK	50	50	5
D	1	A	50	20	2
E	5	B	50	10	1
F	5	C	50	5	0,5
G	5	D	50	2	0,2
H	5	E	50	1	0,1
I	5	F	50	0,5	0,05
J	5	G	50	0,2	0,02
K	5	H	50	0,1	0,01

Pour l'évaluation des taux de récupération (ajouts dosés), 500 µL d'une solution mixte sont ajoutés à 5 g de sol. 3 concentrations sont utilisées, 2, 10 et 100  $\mu\text{g.L}^{-1}$  pour le dopage du sol, ce qui correspond à une concentration finale dans le sol de 0,2, 1 et 10  $\mu\text{g.kg}^{-1}$ . 5 réplicas ont été faits par concentration.

#### 13.5.4 Méthode d'analyse par LC-MS/MS

✓ Méthode Multi résidus sol 1

▪ Paramètres chromatographiques:

- LC : Waters Acquity UPLC
- Colonne : Waters ACQUITY UPLC™ HSS T3, 1.7 µm, 100 x 2.1 mm i.d.
- Phase mobile : A : Eau/Méthanol (90/10, v/v) avec 0,5% d'acide formique et 10 mM NH<sub>4</sub>Fo.  
B : Méthanol 0,5% d'acide formique.
- Débit : 0,3 mL.min<sup>-1</sup>.
- Gradient :

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

9 min	0	100
9,50 min	95	5
11 min	95	5

- Température de la colonne : 40 °C.

- Volume d'injection : 10 µL.

▪ Paramètres spectrométriques

- Spectromètre de masse : Waters Acquity TQD (tandem quadripôle)

- Mode d'ionisation : electrospray positif (ESI+).

- Mode de détection : MRM (Multiple Reaction Monitoring)

- Cone gas flow (curtain) : 80 L.h<sup>-1</sup> (azote)

- Source température : 130°C

- Desolvation gas flow : 800 L.h<sup>-1</sup> (azote)

- Desolvation temperature: 350°C

- Collision gas (CAD): 0,28 mL.min<sup>-1</sup> (argon)

- Software of integration : QuantLynx

**Tableau 27. Paramètres spectrométriques pour les molécules suivies dans la méthode multi résidus sol 1.**

	Temps de rétention (min)	Parent	CV (eV)	Product	CE (eV)
<b>2,6-dichlorobenzamide</b>	3,41	190,0	30	173,1	16
				145,0	26
<b>chloridazon</b>	4,30	222,0	56	77,0	30
				92,0	30
<b>clomazone</b>	6,61	240,0	32	125,0	18
				89,0	46
<b>cloquintocet - mexyl</b>	8,30	336,1	30	238,0	16
				192,0	30
<b>clothianidine</b>	3,84	250,0	24	169,0	12
				132,0	18
<b>desmediphame</b>	6,44	301,0	34	182,0	10
				136,0	22
<b>difenoconazole</b>	7,87	406,0	46	251,1	25
				111,1	60
<b>dimethenamid-P</b>	6,94	276,0	26	244,0	14
				168,0	26
<b>epoxiconazole</b>	7,31	330,0	34	121,0	22
				101,0	50
<b>ethofumesate</b>	6,71	287,1	36	121,1	15
				259,1	10
<b>florasulam</b>	4,84	360,0	40	129,0	22
				108,9	50

<b>fluazifop-P</b>	6,81	328,1	46	282,1	20
				255,1	25
<b>fluazifop-P-butyl</b>	8,14	384,1	38	282,1	22
				328,1	16
<b>flufenacet</b>	7,25	364,0	22	152,1	20
				194,1	11
<b>imidacloprid</b>	3,78	256,1	34	209,1	15
				175,1	20
<b>iodosulfuron methyl</b>	6,60	508,1	31	167,1	25
				141,1	25
<b>isoproturon</b>	6,30	207,0	40	72,0	22
				47,0	16
<b>mefenpyr-diéthyl</b>	7,75	373,1	25	327,1	10
				160,0	37
<b>mesosulfuron-methyl</b>	6,10	504,0	38	182,0	24
				82,9	60
<b>mesotrione</b>	4,88	340,0	34	104,0	32
				228,0	18
<b>metamitron</b>	4,12	203,1	34	175,1	16
				104,0	22
<b>metazachlore</b>	6,25	278,0	22	134,1	22
				210,0	10
<b>metconazole</b>	7,77	320,1	38	70,0	22
				125,0	36
<b>metolachlore</b>	7,47	284,1	26	252,1	15
				176,1	25
<b>metsulfuron-methyl</b>	5,58	382,0	28	167,0	16
				1989,9	22
<b>nicosulfuron</b>	5,46	411,0	32	182,0	22
				106,0	32
<b>phenmediphame</b>	6,47	301,0	34	168,0	10
				136,0	22
<b>propiconazole</b>	7,70	342,0	46	69,0	22
				159,0	34
<b>pyroxsulam</b>	5,50	435,0	35	195,0	25
				258,0	20
<b>quizalofop</b>	7,52	345,1	36	299,1	20
				163,4	36
<b>quizalofop-P-ethyl</b>	8,18	373,0	40	299,1	18
				91,1	32
<b>terbuthylazine</b>	6,93	230,0	34	174,0	16
				96,0	28

thiamethoxame	3,10	292,0	28	211,2	12
				132,0	22
triflurosulfuron-methyl	6,88	493,2	34	264,0	18
				96,0	45

### 13.5.5 Méthode d'analyse par LC-HRMS

#### ✓ Méthode bentazone sol

##### ▪ Paramètres chromatographiques

- LC : Nexera X2™ Shimadzu
- Autosampler : SIL-30AC Shimadzu
- Pump : LC-30AD Shimadzu
- Column oven : CTO-30AC Shimadzu
- Detector: X500R Time-Of-Flight Mass Spectrometer (Q-TOF) ABSciex
- Software of integration: Sciex OS 1.3.1
- Column: Waters ACQUITY UPLC™ HSS T3, 100 mm x 2.1 mm i.d., 1.8 µm particle size
- Phase mobile:
  - A: eau MilliQ 90 %, methanol 10% with 0,1% formic acid and 5 mM ammonium formate
  - B: methanol with 0,1% formic acid, U-LC reagent grade
- Tray temperature: 4°C
- Débit : 0,3 mL.min<sup>-1</sup>.
- Gradient :

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

- Température de la colonne : 40 °C.
- Volume d'injection : 5 µL.

##### ▪ Paramètres spectrométriques

###### ○ Source:

- Ionisation : negative electrospray (ESI -)
- Ion spray voltage : -4500 V
- Curtain gas (cone gas) : 20 psi (air)
- Nebulisation gas flow (probe) : 50 psi (air)
- Desolvation gas flow (ceramic): 50 psi (air)
- Temperature: 550°C

###### ○ TOF MS:

- Declustering potential: 80 V
- Collision energy (CE): 5 V
- Collision energy spread: 0 V
- TOF start mass: 100 Da
- TOF stop mass: 500 Da
- Accumulation time: 0,3 s
- Extracted mass : 239,050 Da ± 0,010 Da

○ TOF MS/MS (pour confirmation)

- Precursor ion : 230,05 Da
- Fragment ion : 197 Da
- Accumulation Time : 0,05 s
- Declustering potential :-55 V
- Collision energy :-28 V

✓ Méthode herbicides 2021

▪ Paramètres chromatographiques

- LC: Shimadzu Nexera (Shimadzu, USA)
- Autosampler: Shimadzu SIL-30AC (Shimadzu, USA)
- Pompe: Shimadzu LC-30AD (Shimadzu, USA)
- Four: Shimadzu CTO-20AC (Shimadzu, USA)
- Detecteur: Triple Quadrupole Mass Spectrometer ABSciex 5500QTRAP (ABSciex, Singapore)
- Logiciel de pilotage: software Analyst (version 1.6.2)
- Colonne: hypercarb 100 mm x 2.1 mm i.d, 3 µm particle size (Thermo Scientific, USA)
- Phase mobile : A :Eau / méthanol (90/10, v/v), 0,1 % d'acide formique and 2 mM ammonium formate  
B : Méthanol ULC-MS, 0,1 % d'acide formique
- Débit : 0,3 mL.min<sup>-1</sup>.
- Gradient :

Temps	Phase mobile	
	% A	% B
initial	90	10
0,5 min	90	10
5 min	0	100
11 min	0	1000
11,1 min	90	10
12 min	90	10

- Température de la colonne : 40°C.
- Volume d'injection : 2 µL.

▪ Paramètres spectrométriques

- Spectromètre de masse : Triple Quadrupole Mass Spectrometer ABSciex 5500QTRAP
- Mode d'ionisation : electrospray positif (ESI+)
- Mode de détection : MRM (Multiple Reaction Monitoring)
- Cone gas flow (curtain) : 30 psi (nitrogen)
- Ion spray voltage : 5500 V
- Source température : 500°C
- Desolvation gas flow : 50 psi (air)
- Nebulisation gas flow : 50 psi (air)
- Collision gas (CAD): medium (nitrogen)
- Entrance potential = 10 V

**Tableau 28. Paramètres spectrométriques pour l'analyse du fluroxypyr et du propaquizafop.**

Pesticide	Temps de rétention (min.)	Ion parent (uma)	Declustering potentiel (eV)	Ion fils (uma)	Energie de collision (eV)
fluroxypyr	7,6	255	100	209	20
				181	20
propaquizafop	10,3	444	50	100	24
				371	24

✓ Méthode SDHI, Herbicides 2023 et multi résidus sol 2

▪ Paramètres chromatographiques

- LC : Nexera X2™ Shimadzu
- Autosampler: SIL-30AC Shimadzu
- Pump: LC-30AD Shimadzu
- Column oven: CTO-30AC Shimadzu
- Detector: X500R Time-Of-Flight Mass Spectrometer (Q-TOF) ABSciex
- Software of integration: Sciex OS 1.3.1
- Column: Waters ACQUITY UPLC™ HSS T3, 100 mm x 2.1 mm i.d., 1.8 µm particle size
- Phase mobile:
  - A: eau MilliQ 90 %, methanol 10% with 0.1% formic acid and 2mM ammonium formate
  - B : methanol with 0.1% formic acid, U-LC reagent grade
- Tray temperature: 4°C
- Débit : 0,3 mL.min<sup>-1</sup>.
- Gradient :

Temps	Phase mobile	
	% A	% B
0 min	95	5
0,50 min	95	5
8 min	0	100
11 min	0	100
11,50 min	95	5
18 min	95	5

- Température de la colonne : 40 °C.
- Volume d'injection : 5 µL.

▪ Paramètres spectrométriques

○ Source:

- Ionisation : positive electrospray (ESI +)
- Ion spray voltage : 5500 V
- Curtain gas (cone gas) : 30 psi (air)
- Nebulisation gas flow (probe) : 60 psi (air)
- Desolvation gas flow (ceramic): 60 psi (air)
- Temperature: 550°C

○ TOF MS:

- Declustering potential: 70 V
- Collision energy (CE): 5 V
- Collision energy spread: 0 V
- TOF start mass: 70 Da

- TOF stop mass: 620 Da
- Accumulation time: 0,3 s

**Tableau 29. Paramètres spectrométriques pour les molécules suivies dans les méthodes SDHI et multi résidus sol 2.**

	Masse molaire	Temps de rétention (min)		Masse molaire	Temps de rétention (min)
2,6-dichlorobenzamide	189,9821	4,43	fluxapyroxad	382,0973293	7,89
aclonifen	265,0374463	8,47	inpyrfluxam	334,1725451	8,24
benzovindiflupyr	398,0633003	8,47	isofetamid	360,1627913	8,18
bixafen	414,0382283	8,34	isopyrazam	360,1881952	8,79
boscalid	343,0399448	7,86	mefentrifluconazole	398,0877654	8,52
chlorantraniliprole	481,9780691	7,57	metamitron	203,0927374	5,31
chloridazon	222,042866	5,47	metolachlor	284,1411831	8,4
clomazone	240,0785828	7,67	penflufen	318,197617	8,46
clothianidin	250,0159998	5,01	penthiopyrad	360,1351944	8,42
cyantraniliprole	473,0122905	6,99	phenmedipham	318,1448326	7,52
desmedipham	318,1448326	7,52	prosulfocarb	252,1416619	9,02
difenoconazole	406,0719732	8,77	pydiflumetofen	426,0348926	8,8
dimethenamid-P	276,0819541	7,94	pyraclostrobin	388,1058602	8,63
epoxiconazole	330,0803943	8,26	sedaxane	332,156895	8,02
ethofumesate	287,0947713	7,74	sulfoxaflor	278,0569441	5,52
flufenacet	364,0737369	8,19	terbuthylazine	230,1166997	7,94
fluopyram	397,0536861	8,08	XDE-208 Urea (métabolite du sulfoxaflor)	296,0675088	4,85
flutolanil	324,1205897	7,89			

Pour la méthode herbicides 2021, pour le pyraflufen-ethyl (CAS : 129630-19-9) les paramètres sont : masse molaire : 413,02772 g.mol<sup>-1</sup> et temps de rétention : 11,53 min.

- TOF MSMS:

**Tableau 30. Paramètres spectrométriques MSMS pour les molécules suivies dans les méthodes SDHI et multi résidus sol 2.**

Substance active	Precursor ion (Da)	Fragment ion (Da)	Accumulation time (s)	Declustering potential (V)	Collision energy (V)
isopyrazam	360,19	244,0879	0,03	70	35
benzovindiflupyr	398,06	342,08	0,01	176	27
mefentrifluconazole	398,06	70,0399	0,01	131	63
mefentrifluconazole	398,08	182,0539	0,01	131	39
desmedipham	318,14	182,0812	0,03	64	19
phenmedipham	318,14	168,0652	0,03	76	15
dimethenamid-P	276,08	244,0559	0,03	66	17

**Tableau 31. Paramètres spectrométriques MSMS pour les molécules suivies dans la méthode herbicides 2023.**

Substance active	Precursor ion (Da)	Fragment ion (Da)	Accumulation time (s)	Declustering potential (V)	Collision energy (V)
cloquintocet mexyl	336,14	192,0213	0,05	56	37
florasulam	360,04	129,0394	0,05	80	29
halauxifen mexyl	345,02	250,0298	0,05	51	43
metsulfuron-methyl	382,08	199,007	0,05	70	27
propaquizafop	444,13	299,0573	0,05	99	31

### 13.5.6 Résultats des validations des méthodes d'analyses multi résidus sol

- Spécificité

L'analyse de témoin (sol de référence) a montré l'absence de composés pouvant interférer avec l'identification des substances actives analysées.

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

La linéarité a été évaluée en mesurant la réponse du détecteur (aire du pic) en fonction de la concentration en substance active pour une série de références de concentrations connues, de 0,1 à 50 µg.L<sup>-1</sup> de substances actives (n=4) pour la méthode multi résidus sol 1 et de de 0,02 à 10 µg.L<sup>-1</sup> pour les autres méthodes. Il y a un changement de gamme de concentration et donc une augmentation de sensibilité entre les deux méthodes parce que les analyses pour les méthodes SDHI, herbicides et multi résidus 2 ont été faites sur un appareil différent, plus performant.

Les droites de régression en matrice ont un coefficient de détermination (R<sup>2</sup>) supérieur ou égal à 0,99 pour chaque molécule pour laquelle la méthode a pu être validée.

Le tableau 32 ci-après résume les résultats de la validation, à savoir le nom de la substance active, le taux de récupération obtenu pour les 5 ajouts dosés par niveau, la moyenne de ces 5 ajouts dosés, leur écart-type relatif, le coefficient de détermination R<sup>2</sup> de la régression qui a servi au dosage des échantillons enrichis ainsi que le range de cette droite et la LOQ.

- ✓ Méthode multi résidus sol 1

La méthode n'a pas pu être validée pour 5 molécules sur les 39 initialement sélectionnées, le clopyralide, le diflufenican, le métazachlore OA, le prothioconazole, et le N-déméthyl triazine amine. Le clopyralide et le métazachlore ne sont pas ionisés dans la source, le prothioconazole n'a pas une réponse linéaire et la N-déméthyl triazine amine n'est pas retenu sur la colonne.

**Tableau 32 : Résultats de la validation multi résidus sol 1**

	Niveau de fortification (µg.kg <sup>-1</sup> )						LOQ (µg.kg <sup>-1</sup> )	Droite de calibration (µg.L <sup>-1</sup> )		
	1		10		100			R <sup>2</sup>	Ref bas	Ref haut
	Recup (%)	RSD (%)	Recup (%)	RSD (%)	Recup (%)	RSD (%)				
2,6-dichlorobenzamide	88	10,7	90	5,5	103	5,2	1,0	0,999	0,1	50
chloridazon	/	/	94	5,6	110	3,3	5,8	0,999	1,0	50
clomazone	68	8,1	99	2,2	108	1,00	1,5	0,999	0,1	20
cloquintocet-mexyl	85	1,4	96	1,5	100	2,5	0,5	0,999	0,1	50

clothianidin	38	19,9	85	10,5	97	6,8	2,0	0,999	0,2	100
desmediphame	66	18,4	102	6,6	107	2,7	0,6	0,999	0,1	20
difenoconazole	88	7,5	100	4,3	106	1,4	1,7	0,998	0,1	50
dimethenamid-P	94	7,4	102	1,6	97	0,7	1,0	0,999	0,1	20
epoxiconazole	28	76,6	96	2,00	106	3,3	2,7	0,999	5,0	100
ethofumesate	52	21,1	88	4,3	117	1,00	1,2	0,999	0,1	20
florasulam	90	2,3	95	1,8	105	2,2	0,5	0,999	0,1	20
fluazifop-P	67	37,7	96	4,3	123	3,7	10,4	0,999	1,0	50
fluazifop-P-butyl	88	2,9	96	3,8	101	3,6	0,5	0,999	0,1	50
flufenacet	67	6,5	78	5,9	84	11,8	1,3	0,999	2,0	20
imidacloprid	/	/	90	14,5	114	12,00	10,7	0,999	10,0	100
iodosulfuron-methyl	79	7,2	98	6,5	105	2,8	2,3	0,999	0,1	20
isoproturon	/	/	92	8,4	118	2,2	5,3	0,999	1,0	50
mefenpyr-diethyl	91	9,5	100	4,6	101	2,1	0,8	0,999	0,1	50
mesosulfuron-methyl	89	4,1	97	1,4	104	3,2	0,7	0,999	0,1	20
mesotrione	/	/	101	5,6	108	3,6	5,6	0,996	2,0	10
metamitron	80	15,00	89	6,6	96	4,4	0,8	0,999	0,1	20
metazachlore	83	5,7	100	4,4	102	1,1	0,4	0,999	0,1	20
metconazole	91	8,9	97	5,6	104	2,00	0,5	0,999	0,1	50
metolachlore	83	2,8	98	1,8	104	0,7	0,6	0,999	0,1	50
metsulfuron-methyl	87	8,8	100	2,1	105	3,00	0,7	0,999	0,1	20
nicosulfuron	92	4,8	99	1,6	98	1,9	0,7	0,999	0,1	20
phenmediphame	56	13,00	97	2,8	110	1,2	0,8	0,998	0,1	20
propiconazole	93	9,00	100	3,2	107	2,1	0,6	0,998	0,1	50
pyroxsulam	92	6,00	100	0,9	100	2,5	0,4	0,999	0,1	20
quizalofop	116	26,00	95	3,7	116	2,3	11,5	0,999	2,0	100
quizalofop-P-ethyl	86	4,9	92	3,6	104	2,4	1,0	0,999	0,1	50
terbuthylazine	89	5,6	103	0,9	103	1,4	0,5	0,998	0,1	50
thiamethoxame	82	8,9	94	4,9	107	4,3	0,4	0,999	0,1	20
triflurosulfuron-methyl	92	9,3	95	3,00	99	2,2	1,2	0,996	0,2	50

Les LOQ sont comprises entre 0,3 et 11,5  $\mu\text{g.kg}^{-1}$ . Sur les 34 molécules pour lesquelles la méthode a été validée, 19 ont une LOQ inférieure à 1  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  et 6 ont une LOQ supérieure à 5  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  (tableau 32). Les cases en gris correspondent aux valeurs de validation qui ne respectent pas la norme EU SANTE/11312/2021 v2.

✓ Méthode bentazone

Tableau 33. Résultats de la validation de la méthode bentazone sol.

	Fortification ( $\mu\text{g.kg}^{-1}$ )						LOQ ( $\mu\text{g.kg}^{-1}$ )	Droite de calibration ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )		
	2		10		50			R <sup>2</sup>	Ref bas	Ref haut
	Recup (%)	RSD (%)	Recup (%)	RSD (%)	Recup (%)	RSD (%)				
<b>Bentazone</b>	96	2,0	93	3,1	99	2,3	2	0,999	0,5	50

✓ Méthode herbicides 2021

Les droites de calibration utilisées sont comprises entre 0,02 et 5  $\mu\text{g.L}^{-1}$ , avec un coefficient de détermination ( $R^2$ ) supérieur à 0,99. La LOQ pour le fluroxypyr est de 0,8  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  et celle du propaquizafop est de 0,07  $\mu\text{g.kg}^{-1}$ .

✓ Méthode SDHI

Suite aux conclusions du dernier comité d'accompagnement de la première triennale, il a été décidé de travailler sur de nouvelles molécules.

Dans un premier temps, au cours de l'été 2021, une méthode d'analyse de sol regroupant toutes les molécules SDHI a été développée. La validation de cette méthode nous a permis d'analyser les sols prélevés à partir de juin 2020 ainsi que les eaux récupérées dans les lysimètres pendant l'hivers 2021-2022. Les molécules suivies ainsi que leur limite de quantification sont données dans le tableau 34, ci-dessous :

**Tableau 34. Résultats de la validation de la méthode SDHI.**

	Niveau de fortification ( $\mu\text{g.kg}^{-1}$ )						LOQ ( $\mu\text{g.kg}^{-1}$ )	Droite de calibration ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )		
	0,1		1		10			$R^2$	Ref bas	Ref haut
	Recup (%)	RSD (%)	Recup (%)	RSD (%)	Recup (%)	RSD (%)				
benzovindylflupyr	/	/	89	6,5	95	1,0	0,60	0,9986	0,20	10,00
bixafen	/	/	95	5,3	96	1,1	0,32	0,9997	0,05	10,00
boscalid	/	/	98	5,0	96	0,9	0,54	0,9997	0,20	10,00
fluopyram	108	14,8	95	2,5	97	0,8	0,10	0,9996	0,05	10,00
flutolanil	/	/	96	3,2	96	1,7	0,26	0,9999	0,05	10,00
fluxapyroxad	/	/	106	4,1	93	2,9	0,68	0,9999	0,20	10,00
inpyrfluxam	94	13,2	93	2,9	96	0,9	0,12	0,9996	0,02	10,00
isofetamid	/	/	91	2,7	95	1,8	0,72	0,9999	0,20	10,00
isopyrazam	86	9,6	90	4,3	93	2,8	0,27	0,9997	0,20	10,00
penflufen	/	/	98	4,0	97	1,4	0,28	0,9995	0,05	10,00
penthioopyrad	/	/	93	6,1	96	1,1	0,31	0,9997	0,05	10,00
pydiflumetofen	94	9,8	92	3,4	97	1,3	0,26	0,9986	0,05	10,00
sedaxane	106	11,9	95	1,6	97	1,3	0,58	0,9997	0,20	10,00

✓ Méthode herbicides 2023

**Tableau 35. Résultats de la validation de la méthode herbicides 2023**

	Fortification ( $\mu\text{g.kg}^{-1}$ )			LOQ ( $\mu\text{g.kg}^{-1}$ )	Droite de calibration ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )		
	0,2	1	10		$R^2$	Ref bas	Ref haut
	Recup (%)	Recup (%)	Recup (%)				
cloquintocet-mexyl	90	94	93	0,2	0,9999	0,02	10
florasulam	102	103	109	0,3	0,9995	0,02	10
halauxifen-methyl	90	99	100	0,3	1	0,02	10
metsulfuron-methyl	/	106	104	0,5	0,9997	0,1	10
propaquizafop	104	93	93	0,5	0,9999	0,01	10
pyraflufen-ethyl	/	94	87	0,5	0,9998	0,02	10

✓ Méthode multi résidus sol 2

Au printemps 2022, une nouvelle méthode a été développée incluant les SDHI ainsi que les autres molécules suggérées par le comité d'accompagnement et des molécules suivies depuis 2018 fréquemment retrouvées dans les sols et/ou les eaux.

**Tableau 36. Résultats de la validation de la méthode multi résidus sol 2**

	Niveau de fortification ( $\mu\text{g.kg}^{-1}$ )						LOQ ( $\mu\text{g.kg}^{-1}$ )	Droite de calibration ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )		
	0,2		1		10			R <sup>2</sup>	Ref bas	Ref haut
	Recup (%)	RSD (%)	Recup (%)	RSD (%)	Recup (%)	RSD (%)				
<b>2,6-dichlorobenzamide</b>	/	/	96	2,2	97	2,1	1,0	0,999 9	0,2	10
<b>aconifen</b>	/	/	87	1,7	97	8,8	2,0	0,999 3	0,5	10
<b>benzovindylflupyr</b>	/	/	98	1,6	98	2,8	1,2	1	0,1	10
<b>bixafen</b>	83	17,2	102	3,7	98	2,1	0,6	0,999 9	0,1	10
<b>boscalid</b>	/	/	111	8,3	97	1,6	1,1	0,999 3	0,2	10
<b>chlorantraniliprole</b>	103	9,3	99	4,5	98	1,4	0,5	0,999 9	0,1	10
<b>chloridazon</b>	94	5,3	96	0,6	95	0,7	0,5	1	0,05	10
<b>clomazone</b>	101	4,0	98	3,4	96	0,5	0,5	1	0,1	10
<b>clothianidin</b>	/	/	96	5,2	97	1,7	1,0	0,999 9	0,5	10
<b>cyantraniliprole</b>	92	18,5	96	2,8	96	2,2	0,7	0,999 9	0,05	10
<b>desmedipham</b>	96		96		94		0,7	0,999 3	0,1	10
<b>difenoconazole</b>	91	12,5	92	6,2	97	2,2	0,3	0,999 9	0,05	10
<b>dimethenamid-P</b>	89		92		101		0,3	0,999 6	0,05	10
<b>epoxiconazole</b>	106	19,4	96	3,9	97	1,5	0,5	0,999 9	0,05	10
<b>ethofumesate</b>	78	13,8	94	3,4	97	1,6	0,5	0,999 9	0,1	10
<b>flufenacet</b>	88	7,7	93	2,7	98	1,8	0,3	0,999 9	0,02	10
<b>fluopyram</b>	98	9	101	2,5	96	1,3	0,5	0,999 9	0,1	10
<b>flutolanil</b>	87	6,9	94	0,8	99	2,7	0,5	0,999 7	0,02	10
<b>fluxapyroxad</b>	102	7,1	96	4,5	98	2,2	1,0	0,999 6	0,02	10
<b>inpyrfluxam</b>	103	2,9	94	2,4	97	1,2	0,5	1	0,2	10
<b>isofetamid</b>	88	12,2	87	1,7	99	4,4	1,4	0,999 8	0,05	10
<b>isopyrazam</b>	101	10	99	2,8	95	2,4	0,5	0,999 9	0,1	10
<b>mefentrifluconazole</b>	/	/	90	5,2	97	2,2	1,0	0,999 8	0,5	10

<b>metamitron</b>	99		93		99		0,5	0,999 6	0,1	10
<b>metolachlor</b>	90	6,8	94	0,6	97	1,1	0,5	0,999 9	0,02	10
<b>penflufen</b>	102	4,1	101	4,3	97	1,5	0,6	1	0,1	10
<b>penthiopyrad</b>	88	9,3	99	3,4	97	1,6	0,6	0,999 9	0,1	10
<b>phenmedipham</b>	91	8,4	94	2,1	97	1,0	0,5	1	0,05	10
<b>prosulfocarb</b>	/	/	98	2,7	99	5,3	0,5	0,999 9	0,05	10
<b>pydiflumetofen</b>	99	7,5	91	8,6	96	2,0	0,5	0,999 8	0,05	10
<b>pyraclostrobin</b>	95	7,6	95	3,2	96	1,1	0,5	1	0,1	10
<b>sedaxane</b>	85	17,0	102	2,4	96	0,9	1,2	0,999 9	0,2	10
<b>sulfoxaflor</b>	/	/	90	13,7	96	3,2	2,5	0,999 8	0,5	10
<b>terbuthylazine</b>	96	8,9	93	3,8	97	1,7	0,5	0,999 9	0,05	10
<b>XDE-208 Urea (métabolite du sulfoxaflor)</b>	/	/	96	3,2	96	0,8	1,0	0,999 9	0,1	10

Les LOQ sont comprises entre 0,3 et 2,5  $\mu\text{g.kg}^{-1}$ , Sur les 32 molécules pour lesquelles la méthode a été validée, 5 ont une LOQ supérieure à 1  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  et une seule a une LOQ de 1,5  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  (tableau 36).

## 14 Annexe 3 : Suivi des PPP dans le sol et dans l'eau

---

### 14.1 Introduction

Cette annexe présente matière active par matière active les observations (apports, stock dans le sol, lixiviation) réalisées dans les parcelles équipées depuis parfois 2010.

Toutes les matières actives recherchées dans les échantillons d'eau et de sol ne sont pas présentées dans cette annexe car soit non utilisées par les agriculteurs concernés, soit non détectées dans les échantillons. Le tableau 37 détaille ces matières actives.

**Tableau 37. Matières actives non utilisées et/ou non détectée suivies dans le cadre de la convention Sol-Phy-Ly.**

Matières actives	Usage (parcelle)	Méthode	Suivie dans l'EAU	Suivie dans le SOL	DT50*	GUS*	Remarques
<b>chlortoluron</b>	Sole 4/ Haute bova	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.01 µg.L <sup>-1</sup>	non	12.5	2.01	Vue une fois dans l'eau (haute bova)
<b>cyantraniliprole</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 2	à partir de mai 2022 LOQ: 0.2 µg.L <sup>-1</sup>	à partir de mai 2022 LOQ: 0.7 µg.kg <sup>-1</sup>	32.4	2.59	demande du CA – Jamais vu
<b>cymoxanil</b>	Bovenistier/ sole 4/ chemin de fer	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.43 µg.L <sup>-1</sup> (LOQ beaucoup trop haute)	non	3.5	1.47	Jamais vu dans l'eau
<b>dimetomorph</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.22 µg.L <sup>-1</sup> (LOQ beaucoup trop haute)	non	44	2.26	Sélectionnée au début du projet
<b>fenpropidine</b>	Bovenistier / Haute bova	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.015 µg.L <sup>-1</sup>	non	49.2	-0.44	Jamais vu dans l'eau
<b>fluaizifop-P</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.12 µg.L <sup>-1</sup> (LOQ beaucoup trop haute)	de 2018 à mai 2022 LOQ: 10.4 µg.kg <sup>-1</sup> (élevée)	25	3.23	Métabolite du fluziafop-P-butyl - Jamais vu dans l'eau
<b>fluaizifop-P-butyl</b>	Bovenistier / Sol Résidus	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.015 µg.L <sup>-1</sup>	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.5 µg.kg <sup>-1</sup>	8.2	0.43	Jamais vu dans l'eau
<b>flutolanil</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 2	à partir de mai 2021 LOQ: 0.05 µg.L <sup>-1</sup>	à partir de mai 2020 LOQ: 0.5 µg.kg <sup>-1</sup>	105	2.29	SDHI – Jamais vu
<b>flurtamone</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.006 µg.L <sup>-1</sup>	non	35.8	2.47	Sélectionnée au début du projet
<b>flutriafol</b>	Sol Résidus	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.02 µg.L <sup>-1</sup>	non	1177.3	5.18	Jamais vu dans l'eau
<b>inpyrfluxam</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 2	à partir de mai 2021 LOQ: 0.03 µg.L <sup>-1</sup>	à partir de mai 2020 LOQ: 0.5 µg.kg <sup>-1</sup>	-	-	SDHI – Jamais vu
<b>isofetamid</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 2	à partir de mai 2021 LOQ: 0.1 µg.L <sup>-1</sup>	à partir de mai 2020 LOQ: 1.44 µg.kg <sup>-1</sup>	32.7	1.99	SDHI – Jamais vu
<b>isoproturon</b>	Sol Résidus	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.01 µg.L <sup>-1</sup>	de 2018 à mai 2022 LOQ: 5.3 µg.kg <sup>-1</sup> (élevée)	23	2.61	Jamais vu dans l'eau

Matières actives	Usage (parcelle)	Méthode	Suivie dans l'EAU	Suivie dans le SOL	DT50*	GUS*	Remarques
<b>isopyrazam</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 2	à partir de mai 2021 LOQ: 0.1 µg.L <sup>-1</sup>	à partir de mai 2020 LOQ: 0.54 µg.kg <sup>-1</sup>	72	1.15	SDHI – Jamais vu
<b>isoxaben</b>	Sol Résidus	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.01 µg.L <sup>-1</sup>	non	123	3.03	Jamais vu dans l'eau
<b>metconazole</b>	Haute bova / Sol Résidus	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.015 µg.L <sup>-1</sup>	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.5 µg.kg <sup>-1</sup>	134.7	2.03	Jamais vu dans l'eau
<b>penthiopyrad</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 2	à partir de mai 2021 LOQ: 0.05 µg.L <sup>-1</sup>	à partir de mai 2020 LOQ: 0.6 µg.kg <sup>-1</sup>	9.2	1.08	SDHI – Jamais vu
<b>picolanifen</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.6 µg.L <sup>-1</sup> (LOQ beaucoup trop haute)	non	31	-0.53	Sélectionnée au début du projet
<b>picoxystrobine</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.04 µg.L <sup>-1</sup>	non	19.3	1.35	Sélectionnée au début du projet
<b>pydiflumetofen</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 2	à partir de mai 2021 LOQ: 0.1 µg.L <sup>-1</sup>	à partir de mai 2020 LOQ: 0.5 µg.kg <sup>-1</sup>	930	2.26	SDHI – Jamais vu
<b>pyroxsulam</b>	Bovenistier / Sole 4 / chemin de fer / Sol Résidus	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ 0.015 µg.L <sup>-1</sup>	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.4 µg.kg <sup>-1</sup>	13	2.84	Jamais vu dans l'eau
<b>quinoxifen</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.13 µg.L <sup>-1</sup> (LOQ beaucoup trop haute)	non	169.3	-0.8	Sélectionnée au début du projet
<b>quizalofop</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.027 µg.L <sup>-1</sup>	de 2018 à mai 2022 LOQ: 11.5 µg.kg <sup>-1</sup> (élevée)	22.3	1.95	metabolite quizalofop-P-ethyl - Jamais vu dans l'eau
<b>quizalofop-P-ethyl</b>	Haute bova / Sol Résidus	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.13 µg.L <sup>-1</sup> (LOQ beaucoup trop haute)	de 2018 à mai 2022 LOQ: 1.0 µg.kg <sup>-1</sup>	1.8	0.19	Jamais vu dans l'eau
<b>sedaxane</b>	Jamais utilisé	Multi résidus 2	à partir de mai 2021 LOQ: 0.05 µg.L <sup>-1</sup>	à partir de mai 2020 LOQ: 1.2 µg.kg <sup>-1</sup>	100	2.54	SDHI – Jamais vu
<b>thiaclopride</b>	Sol Résidus	Multi résidus 1	de 2018 à mai 2022 LOQ: 0.014 µg.L <sup>-1</sup>	non	8.1	1.1	Jamais vu dans l'eau

\* : source PPDB

## 14.2 Aclonifen

L'aclonifen est un herbicide utilisé sur culture de pommes de terre et de carottes dans ces parcelles.

### **SOL**

Cette molécule est suivie dans le sol depuis 2022 (LOQ :  $2 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ ). Sa DT50 au champ dans le sol est de 80.4 jours<sup>11</sup>.

Un à deux ans après traitement, les observations réalisées sur les parcelles Bovenistier, Chemin de fer et Sole 4 (figure 13 à figure 15) indiquent qu'un apport d'environ  $1000 \text{ g}\cdot\text{ha}^{-1}$  laisse dans le sol une concentration de 20 à  $50 \text{ g}\cdot\text{ha}^{-1}$  :

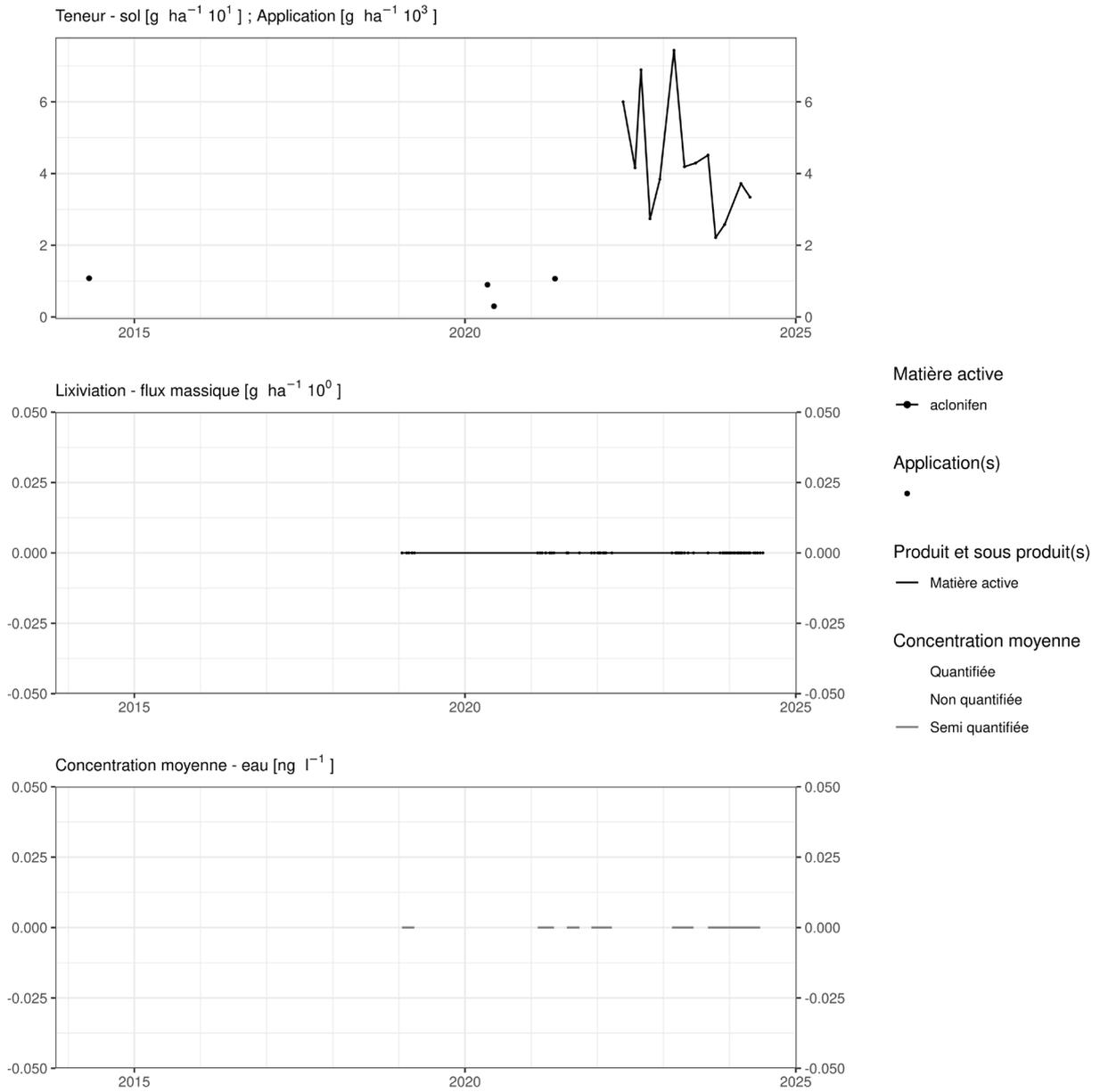
- sur la parcelle Bovenistier, l'apport de  $1000 \text{ g}\cdot\text{ha}^{-1}$  réalisé au printemps 2021 laisse une concentration dans le sol assez constante de l'ordre de  $40 \text{ g}\cdot\text{ha}^{-1}$  ;
- sur la parcelle Chemin de fer, l'apport d'environ  $1000 \text{ g}\cdot\text{ha}^{-1}$  réalisé au printemps 2021 laisse une concentration dans le sol assez constante de l'ordre de  $35 \text{ g}\cdot\text{ha}^{-1}$  ;
- sur la parcelle Sole 4, l'apport de  $1100 \text{ g}\cdot\text{ha}^{-1}$  réalisé au printemps 2020 laisse une concentration de l'ordre de quinzaine de grammes par hectare deux ans après.

### **EAU (exutoire des lysimètres)**

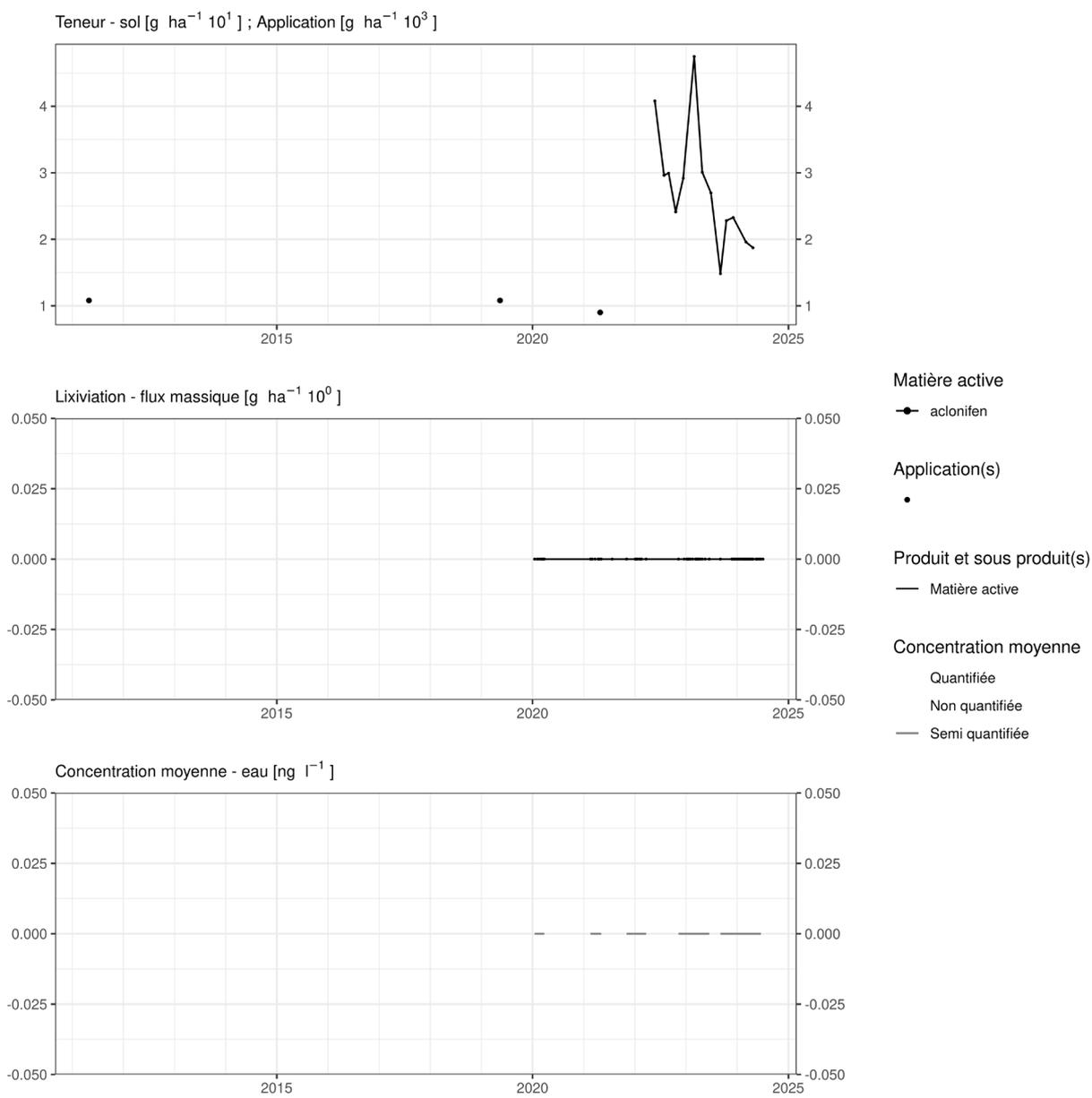
Cette molécule est suivie dans l'eau depuis 2018 (LOQ :  $0,2 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ). L'aclonifen n'a jamais été observé dans l'eau malgré le fait que son indice GUS soit de  $5.11^7$  (voir page 17).

---

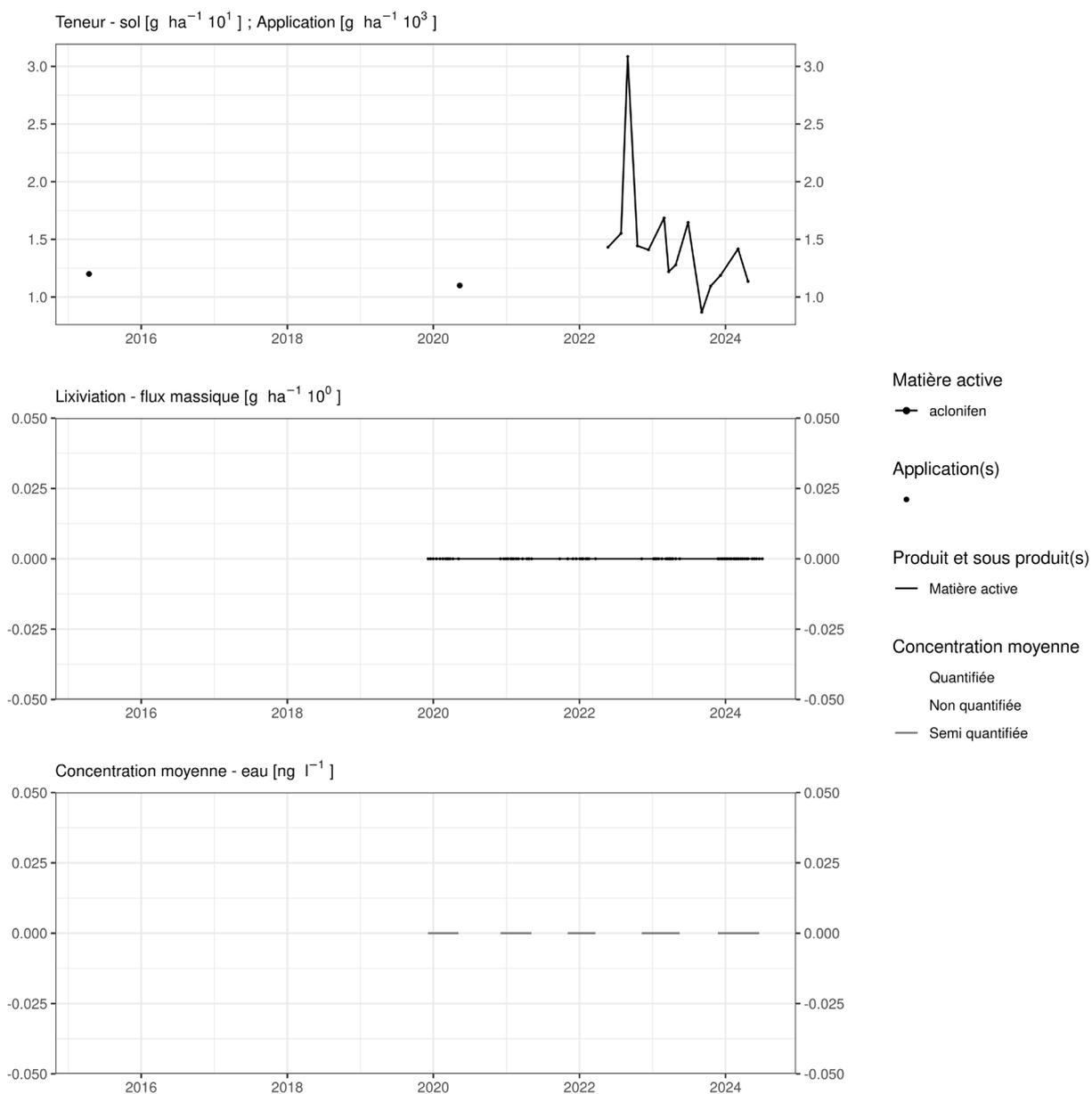
<sup>11</sup> Données issues de PPDB ( <https://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/>)



**Figure 13. Applications et suivi de la teneur en aclonifen dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 14. Applications et suivi de la teneur en aclonifen dans la parcelle Chemin de fer.**



**Figure 15. Applications et suivi de la teneur en aclonifen dans la parcelle Sole 4.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines.

Bien que la LOQ soit élevée (0,2 µg.l<sup>-1</sup>), elle n'a jamais été détectée dans l'eau collectée à l'exutoire des lysimètres. Il n'est donc pas prioritaire de la rechercher dans les eaux souterraines.

### 14.3 Atrazine

L'atrazine est un herbicide interdit qui était utilisé essentiellement sur culture de maïs. Aucun usage de cette matière active n'est connu postérieurement à 2010 sur les parcelles équipées d'un lysimètre.

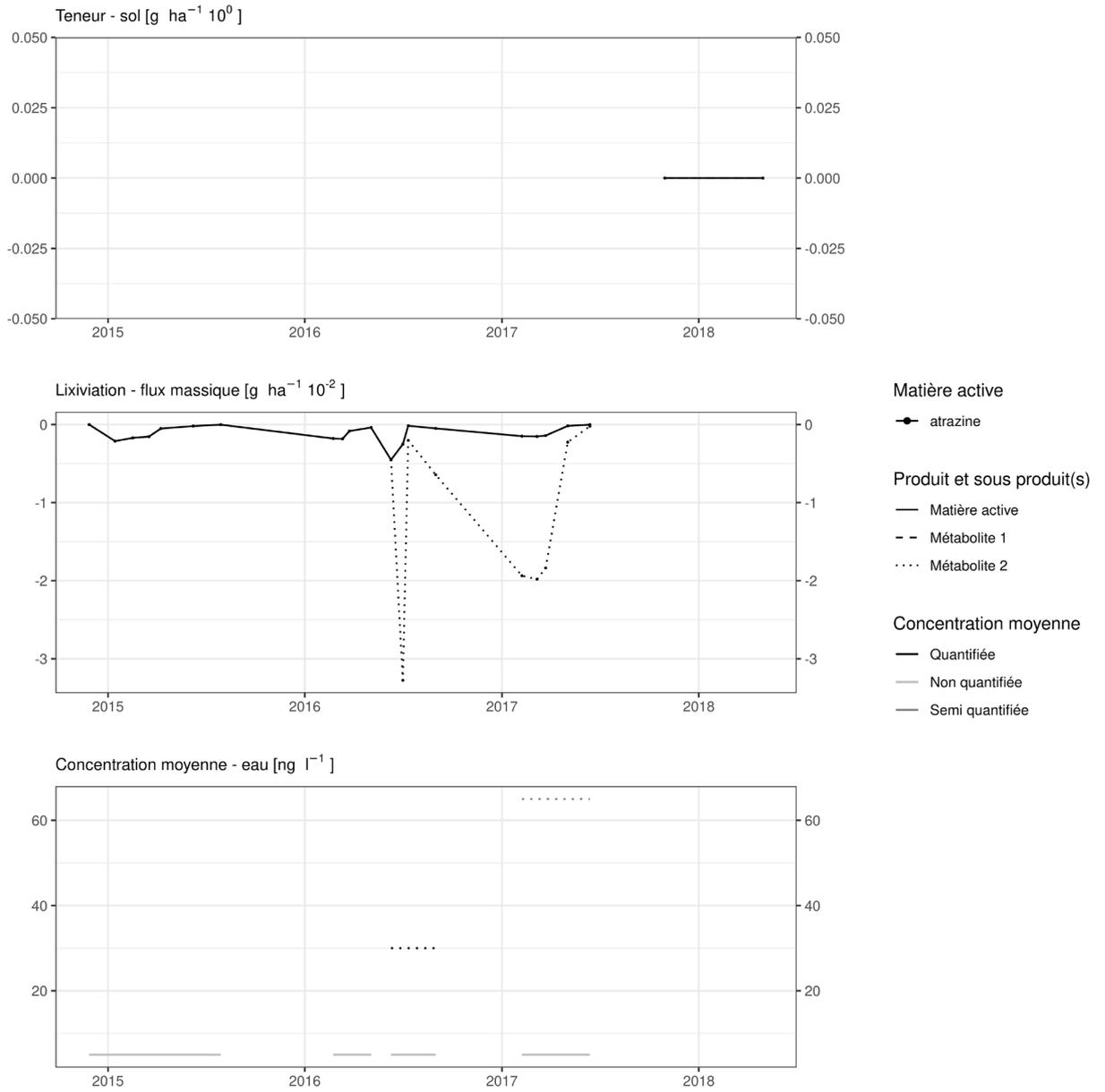
#### **SOL**

Cette molécule n'a pas été suivie dans le sol.

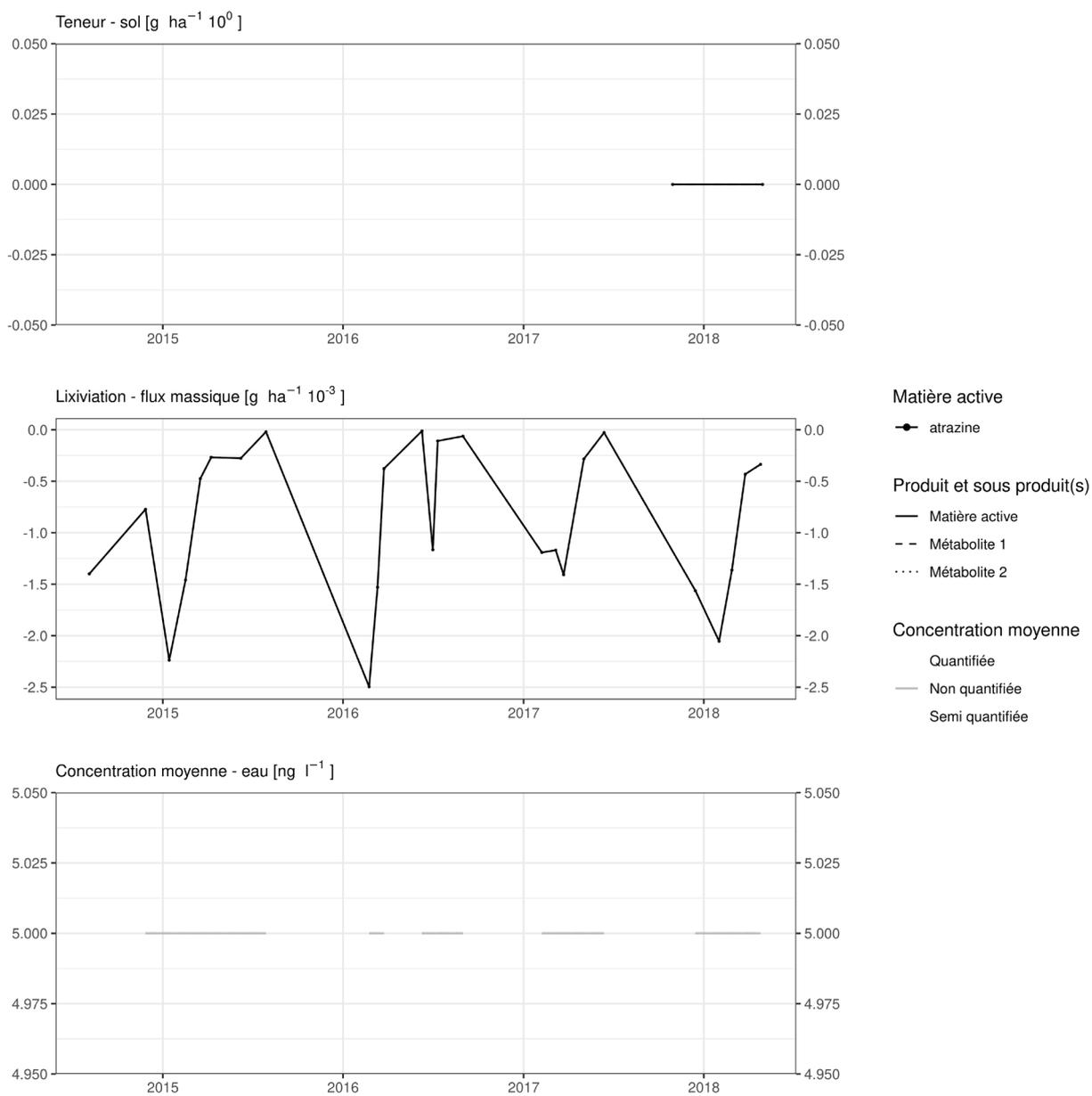
#### **EAU (exutoire des lysimètres)**

Cette molécule est suivie dans l'eau entre 2015 et 2018. Des flux de quelques millièmes de  $\text{g}\cdot\text{ha}^{-1}$  ont été régulièrement observés aux exutoires des quatre lysimètres installés en Hesbaye. A l'échelle d'une saison de percolation, ces flux ont engendré une concentration moyenne de l'ordre de 5 à 15  $\text{ng}\cdot\text{L}^{-1}$ .

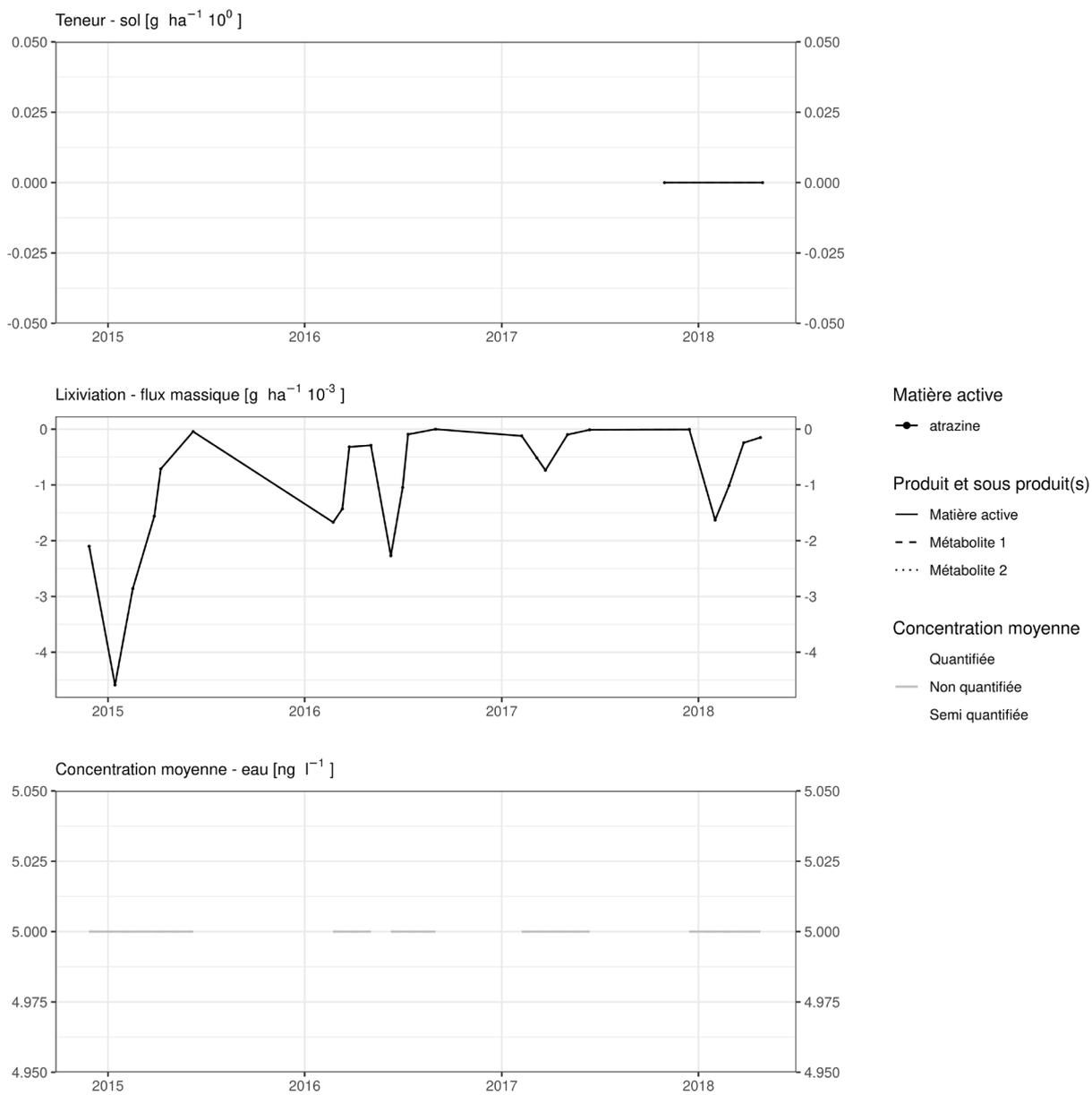
Des flux massiques et concentrations moyennes ont été également observés pour ses deux métabolites (desisopropylatrazine et desethylatrazine).



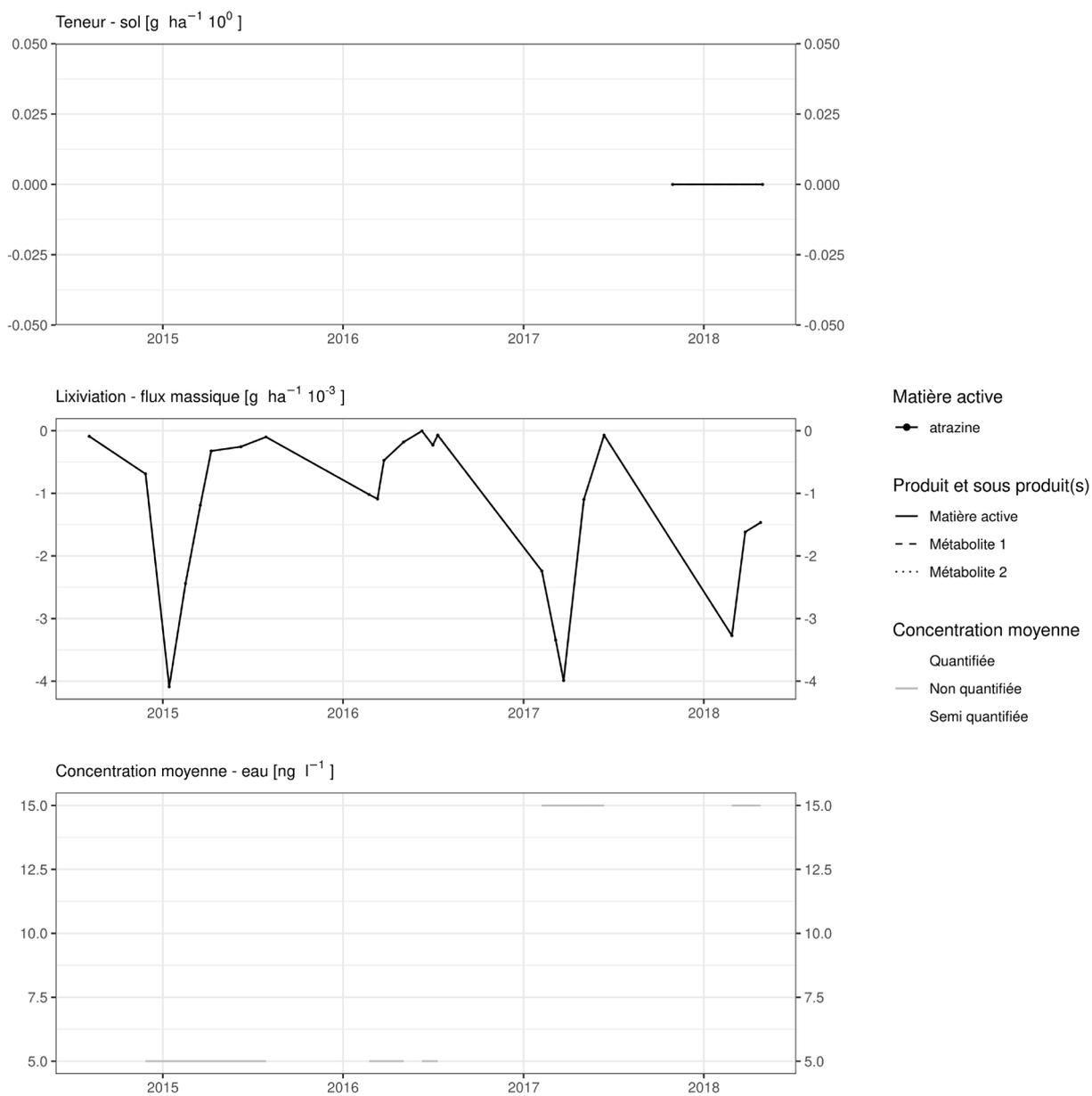
**Figure 16. Suivi de la teneur en atrazine dans la parcelle Haute Bova.**



**Figure 17. Suivi de la teneur en atrazine dans la parcelle Chemin de fer.**



**Figure 18. Suivi de la teneur en atrazine dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 19. Suivi de la teneur en atrazine dans la parcelle Sole 4.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active (figure 20) ainsi que ses métabolites (figure 21 et figure 22) sont suivis dans les eaux souterraines.

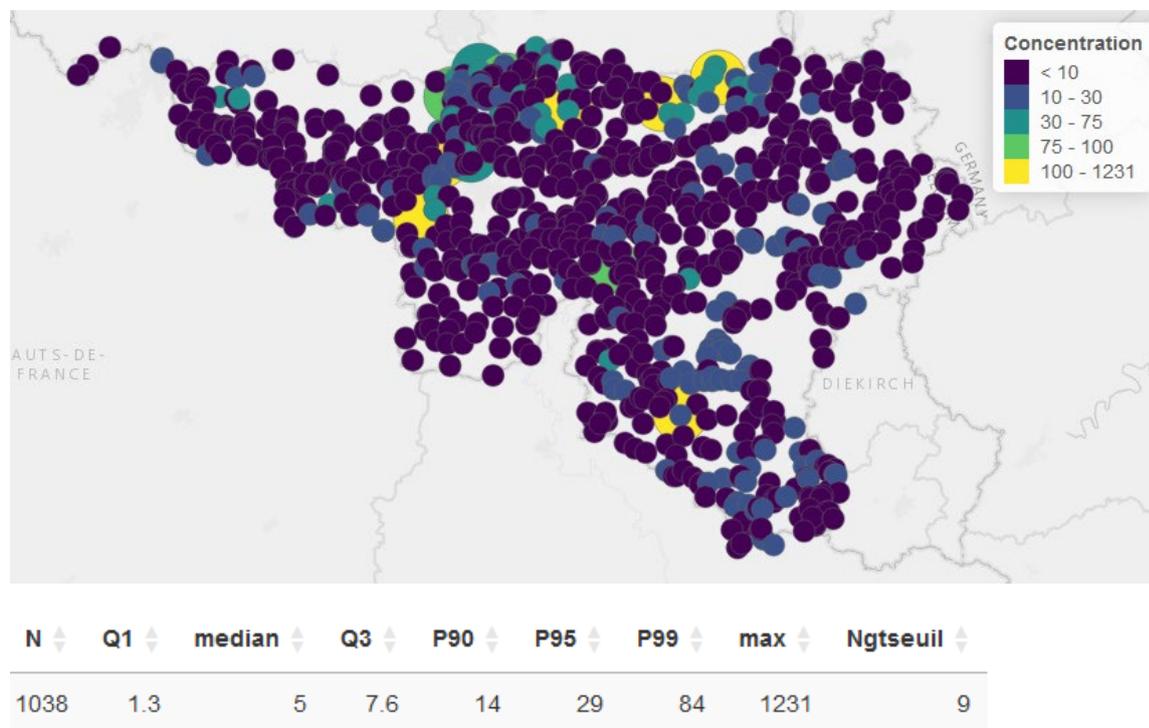


Figure 20. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en atrazine observées dans les eaux souterraines.

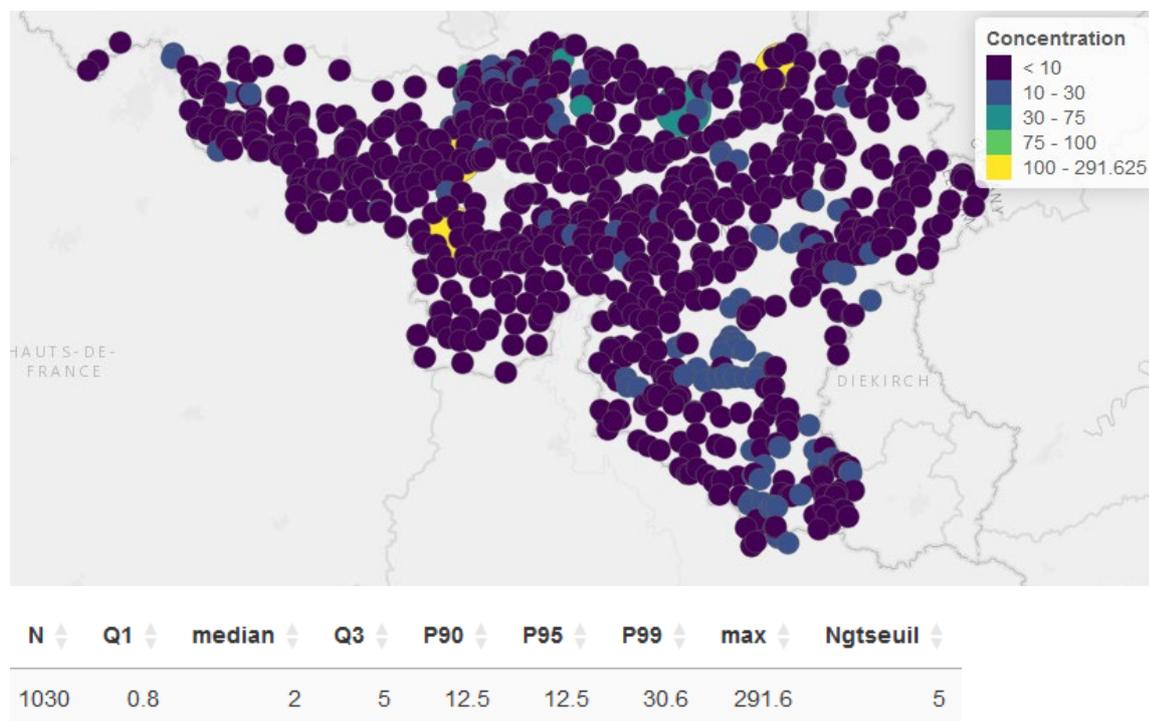


Figure 21. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en deisopropylatrazine observées dans les eaux souterraines.

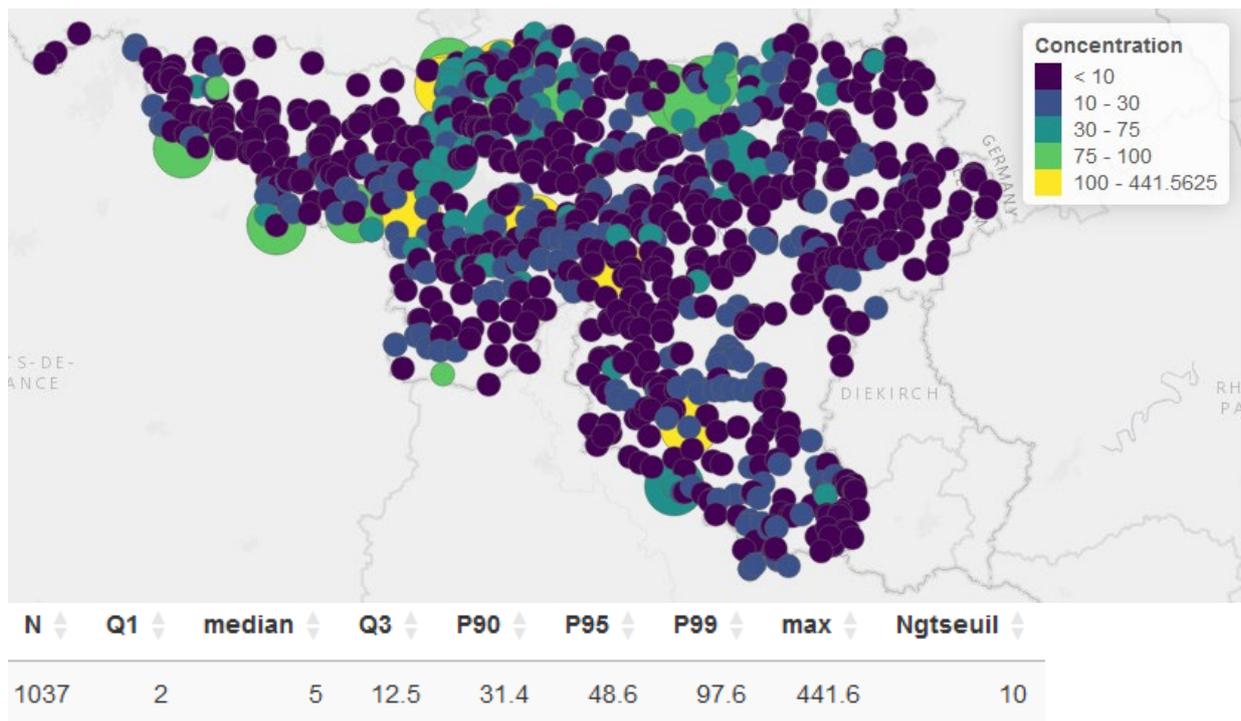


Figure 22. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en desethylatrazine observées dans les eaux souterraines.

## 14.4 Azoxystrobine

L'azoxystrobine un fongicide utilisé sur culture de légumes et pommes de terre dans ces parcelles.

### **SOL**

Cette molécule n'a pas été suivie dans le sol.

### **EAU (exutoire des lysimètres)**

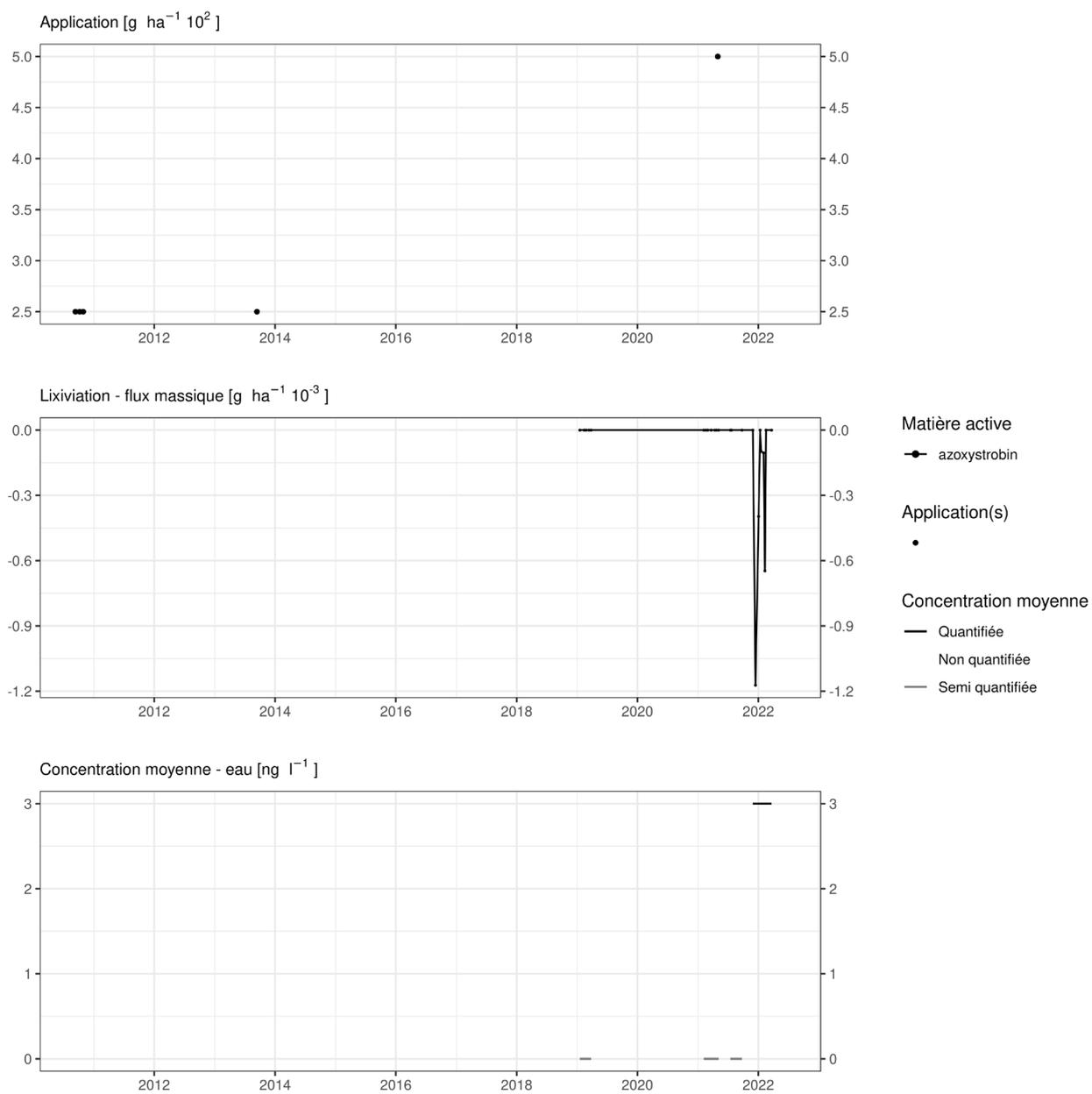
Cette molécule a été suivie dans l'eau entre 2019 et mai 2022 (LOQ : 0,01  $\mu\text{g.L}^{-1}$ ).

Utilisée en 2021 sur les parcelles Bovenistier (figure 23) et Chemin de fer (figure 24) à respectivement 500 et 200  $\text{g.ha}^{-1}$ , les lysimètres ont enregistré des flux inférieurs à la LOQ, ce qui équivaut à quelques millièmes de  $\text{g.ha}^{-1}$  au cours de l'hiver 2021-2022, donnant lieu à des concentrations moyennes de l'ordre de quelques  $\text{ng.L}^{-1}$ .

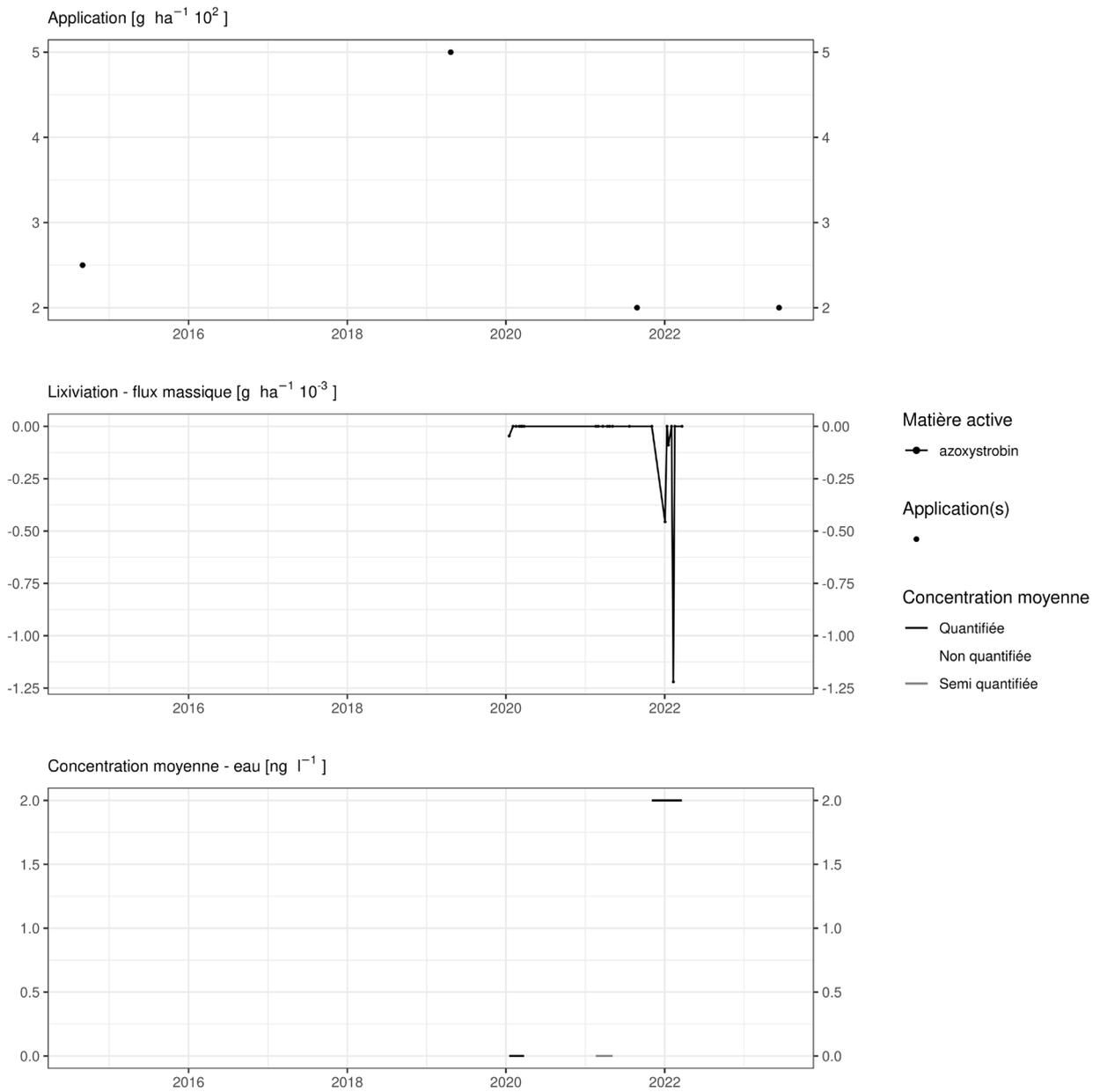
Elle a été utilisée en 2020 sur la parcelle Sole 4 (figure 25). Le lysimètre a enregistré, au cours des deux saisons de percolation suivantes des flux et concentrations équivalents.

Sur les parcelles Sol-Résidus (figure 26 à figure 29), elle a été utilisée en 2021 à raison de 125  $\text{g.ha}^{-1}$ . Elle a donné lieu, à l'exception du SR4, des flux et concentrations équivalents aux lysimètres de Hesbaye au cours de l'hiver 2021-2022.

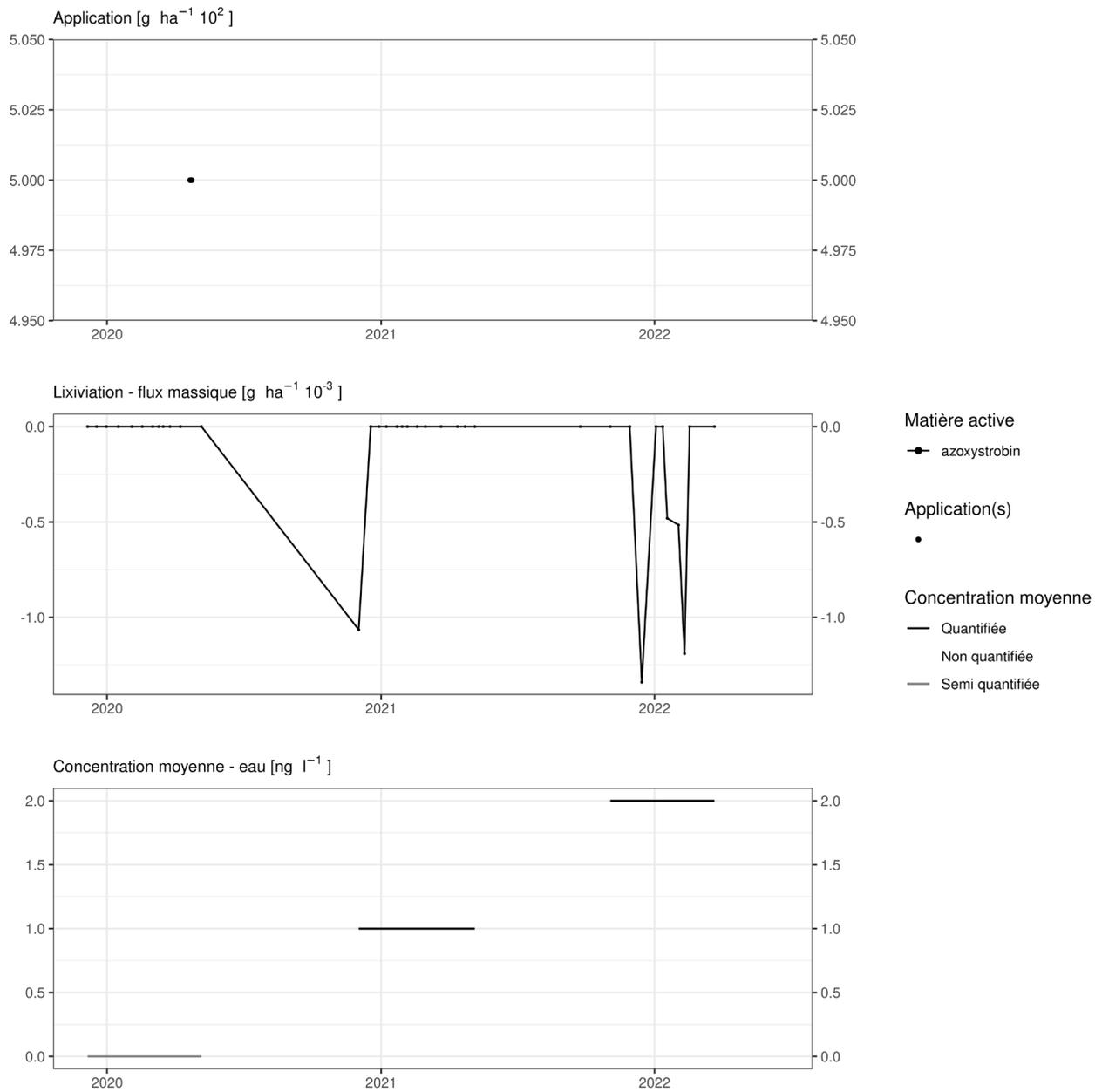
En ce qui concerne le SR4, une concentration de l'ordre de 15  $\text{ng.L}^{-1}$  a été observée au cours de l'hiver qui a suivi l'application.



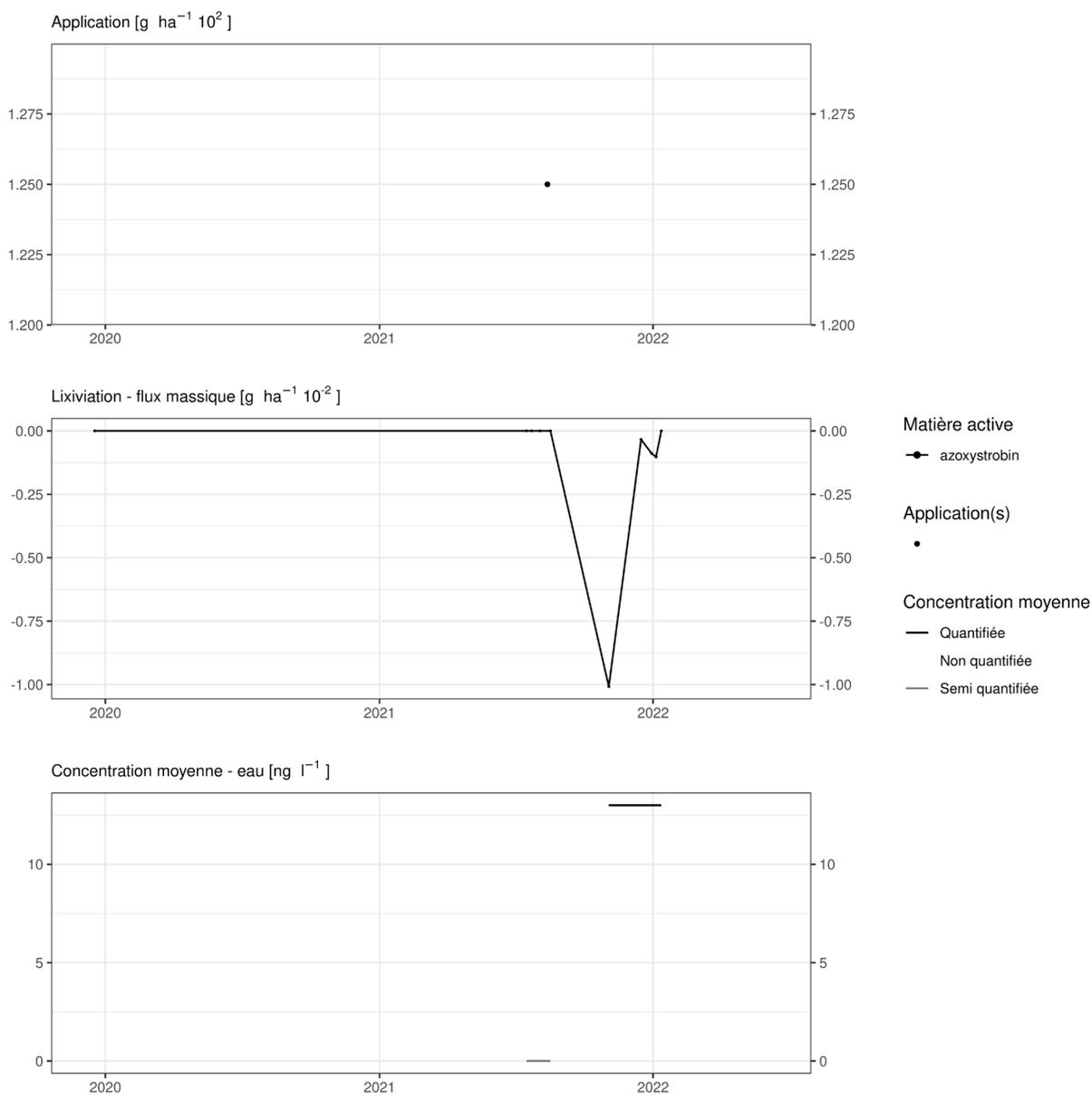
**Figure 23. Applications et suivi de la teneur en azoxystrobine dans la parcelle Bovenistier.**



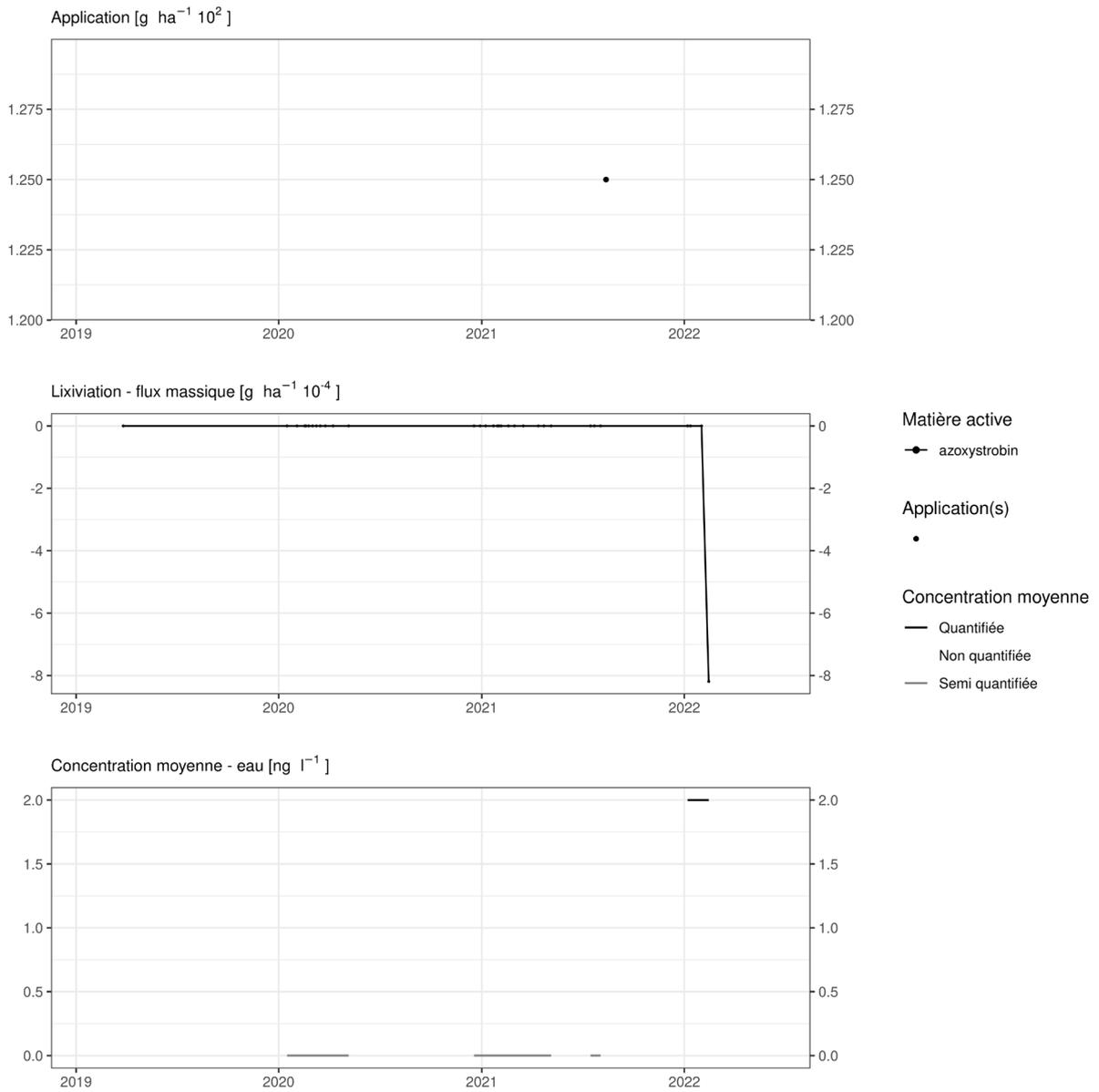
**Figure 24. Applications et suivi de la teneur en azoxystrobin dans la parcelle Chemin de fer.**



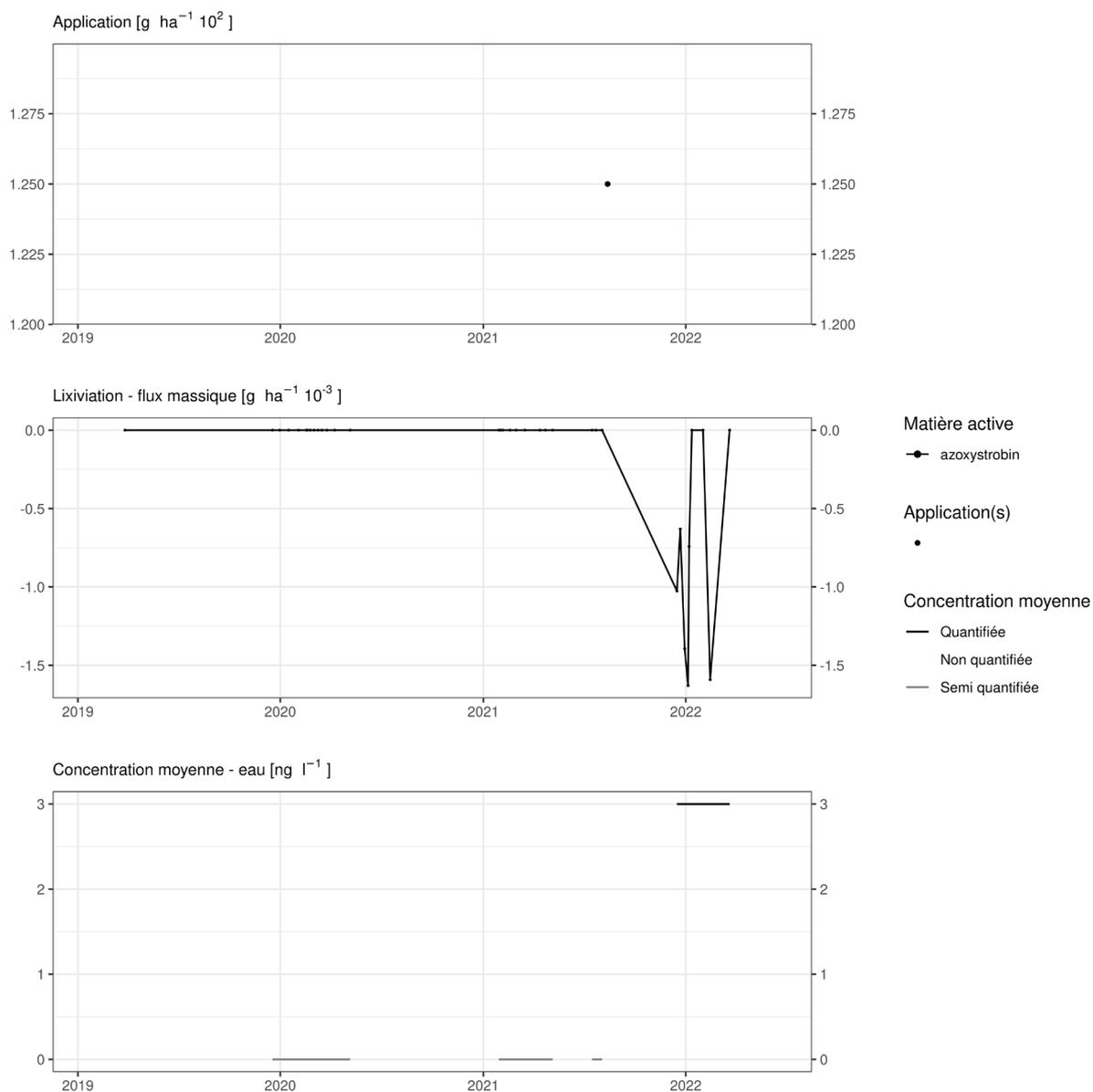
**Figure 25. Applications et suivi de la teneur en azoxystrobine dans la parcelle Sole 4.**



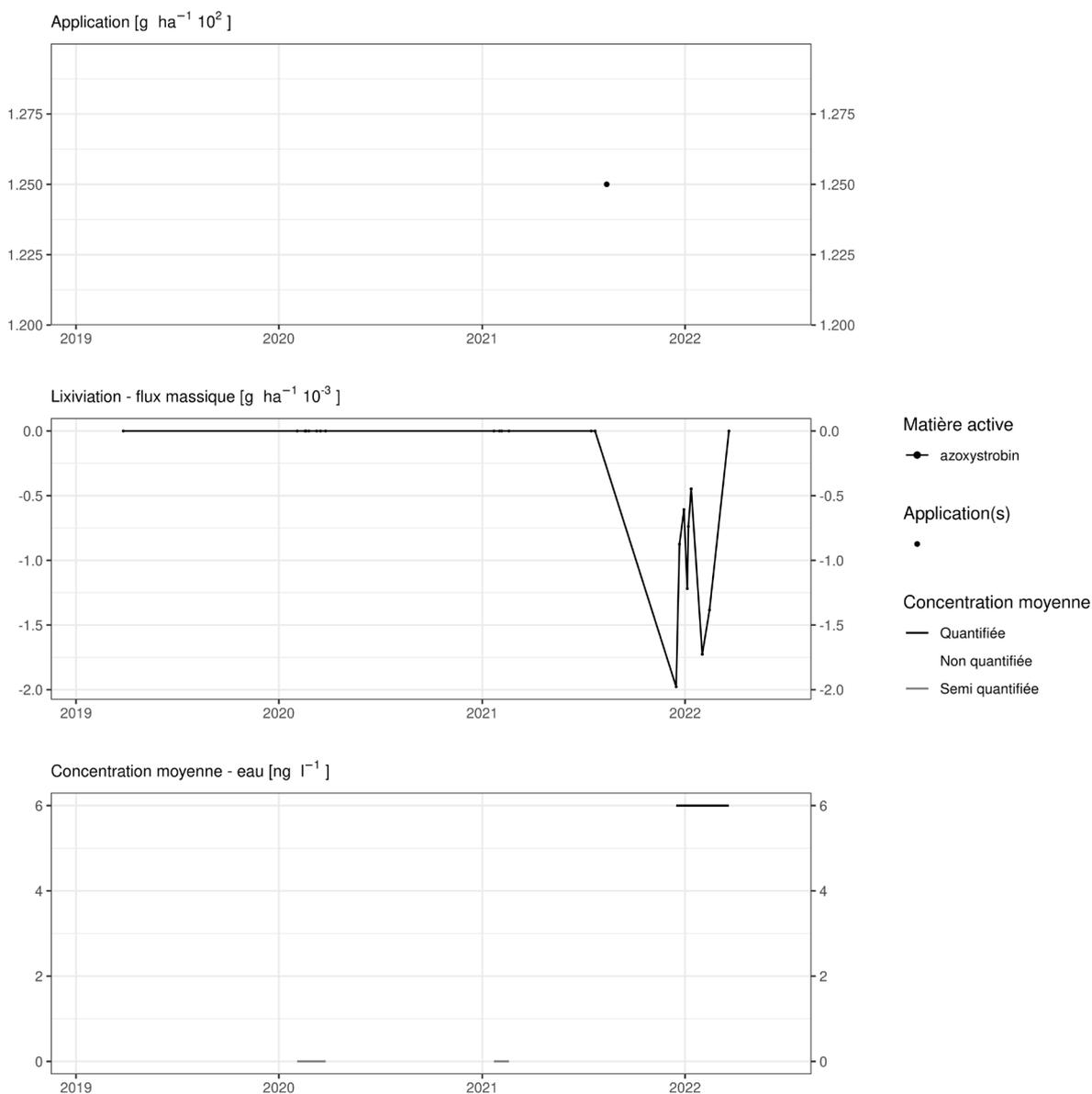
**Figure 26. Applications et suivi de la teneur en azoxystrobine dans la parcelle SR4.**



**Figure 27. Applications et suivi de la teneur en azoxystrobine dans la parcelle SR8.**



**Figure 28. Applications et suivi de la teneur en azoxystrobine dans la parcelle SR12.**



**Figure 29. Applications et suivi de la teneur en azoxystrobine dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.5 Bentazone

La bentazone est un herbicide utilisé sur culture de légumes dans les parcelles de Hesbaye et, à titre expérimental, sur une culture de maïs dans les parcelles Sol-Résidus.

### SOL

Cette molécule n'a pas été suivie régulièrement dans le sol.

Deux expérimentations de suivi de la bentazone dans les sols ont été réalisées au cours du projet. Le premier a eu lieu du 17/06/2019 au 09/03/2020 (tableau 38) et le second du 15/06/2023 au 18/10/2023 (tableau 39).

A chaque fois un épandage de bentazone a été fait au-dessus des lysimètres, et la concentration de cette matière active a été suivie dans le sol de façon intensive (deux prélèvements par semaine, puis un par semaine puis un toute les deux semaines) jusqu'à ce qu'on ne la détecte plus (LOQ : 0,2 µg.kg<sup>-1</sup>).

**Tableau 38. Teneur en bentazone sur les parcelles de la plateforme Sol Résidus (Expérimentation 2019.)**

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

**Tableau 39. Teneur en bentazone sur les parcelles de la plateforme Sol Résidus (Expérimentation 2023)**

		15-06-23	16-06-23	19-06-23	23-06-23	27-06-23	07-07-23	14-07-23	01-08-23	31-08-23	18-10-23
NLR out	0-10	318.76	145.32	138.73	72.39	112.93	149.84	19.05	8.32	3.72	2.97
	10-20	18.20	5.51	13.36	1.15	2.43	26.69	3.15	0.83	0.41	0.28
	20-30	13.05	6.10	7.35	0.45	1.05	4.24	<LOQ	0.24	<LOQ	<LOQ
	30-60				5.45	11.55	6.94	<LOQ	0.41	<LOQ	<LOQ
	60-90				6.98	30.22	14.72	0.49	0.50	<LOQ	<LOQ
LR out	0-10	256.53	359.52	166.59	143.22	234.08	52.60	58.92	10.56	3.68	4.18
	10-20	25.50	33.28	1.86	13.59	20.95	63.01	36.85	22.57	0.96	1.24
	20-30	17.47	15.86	1.32	<LOQ	1.29	1.44	2.92	3.39	0.65	<LOQ
	30-60				0.72	11.40	2.57	0.55	1.46	0.32	<LOQ
	60-90				2.22	39.89	1.99	1.15	0.63	<LOQ	<LOQ
NLR in	0-10	251.82	239.69	158.03	91.41	99.09	124.15	32.13	4.45	2.51	4.24
	10-20	24.17	3.81	6.40	0.61	5.76	34.49	2.99	0.63	0.24	0.93
	20-30	10.78	1.47	1.23	<LOQ	1.11	2.17	0.20	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	30-60				2.33	1.56	7.04	0.44	0.42	<LOQ	<LOQ
	60-90				2.72	6.44	10.86	0.48	0.54	<LOQ	<LOQ
LR in	0-10	173.87	543.50	304.90	107.01	130.30	291.49	47.56	6.75	4.60	4.42
	10-20	26.54	23.83	28.57	0.42	2.75	82.69	6.62	16.21	3.42	1.69
	20-30	14.32	18.03	7.66	<LOQ	0.53	4.02	0.67	0.27	2.21	<LOQ
	30-60				3.09	28.09	23.10	0.87	0.32	1.34	0.23
	60-90				1.33	23.49	26.97	0.82	0.29	0.24	<LOQ

### EAU (exutoire des lysimètres)

Cette molécule est suivie dans l'eau depuis 2013 (LOQ : 0,01 µg.L<sup>-1</sup>).

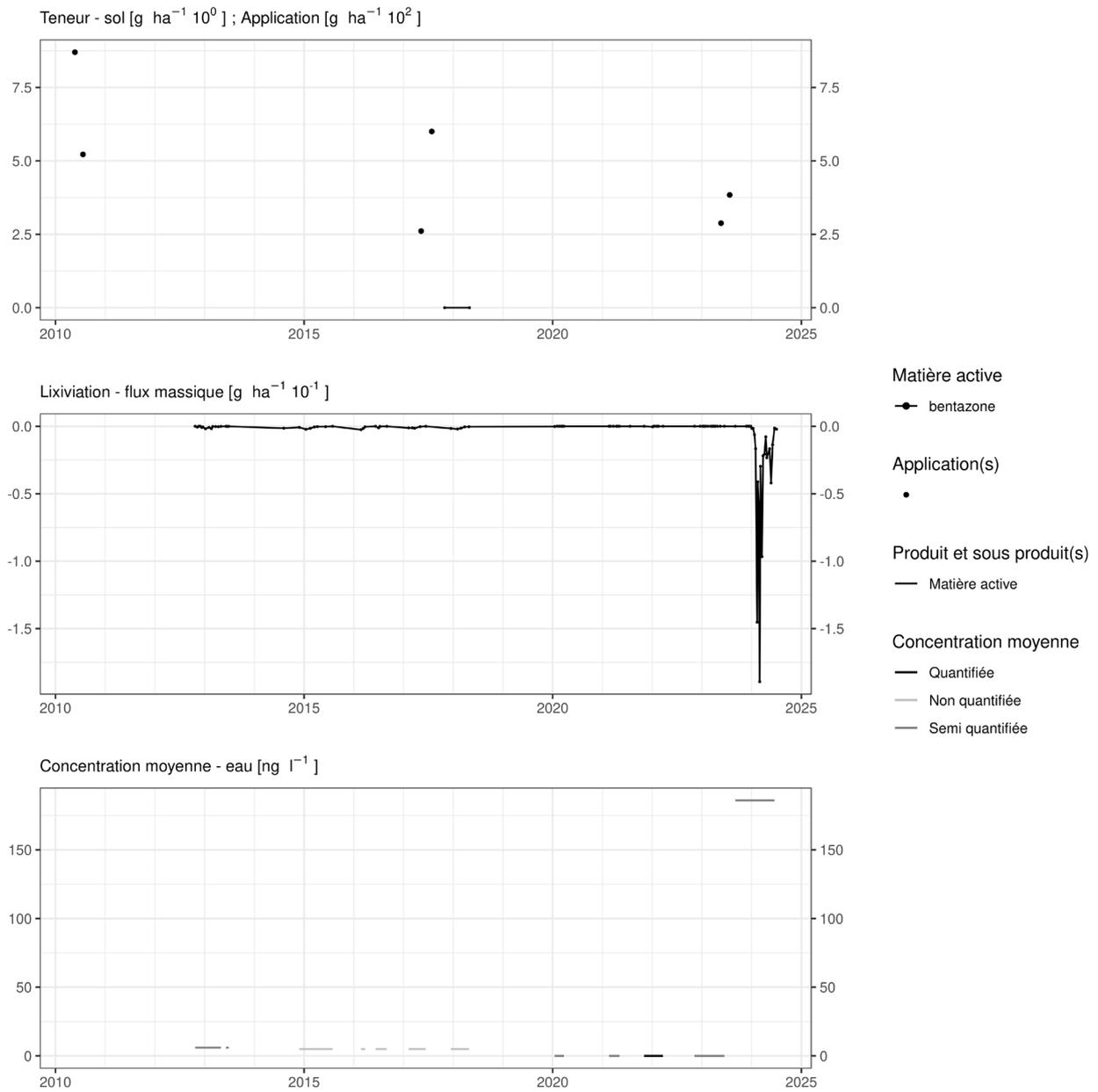
Sur la parcelle Chemin de fer (figure 30), elle a régulièrement été utilisée depuis 2010 (et sans doute également avant) à raison de plusieurs centaines de g.ha<sup>-1</sup>. Elle n'a donné lieu qu'à de très faibles flux massiques de l'ordre de centièmes de g.ha<sup>-1</sup> qui n'ont conduit qu'à des concentrations moyennes de l'ordre de quelques ng.L<sup>-1</sup>.

Sur cette parcelle, l'hiver-printemps 2023-2024 particulièrement pluvieux a donné lieu à des flux massiques de l'ordre du dixième de g.ha<sup>-1</sup> lors de chaque prise d'échantillon et une concentration moyenne dans l'eau de percolation de l'ordre de 180 ng.L<sup>-1</sup>.

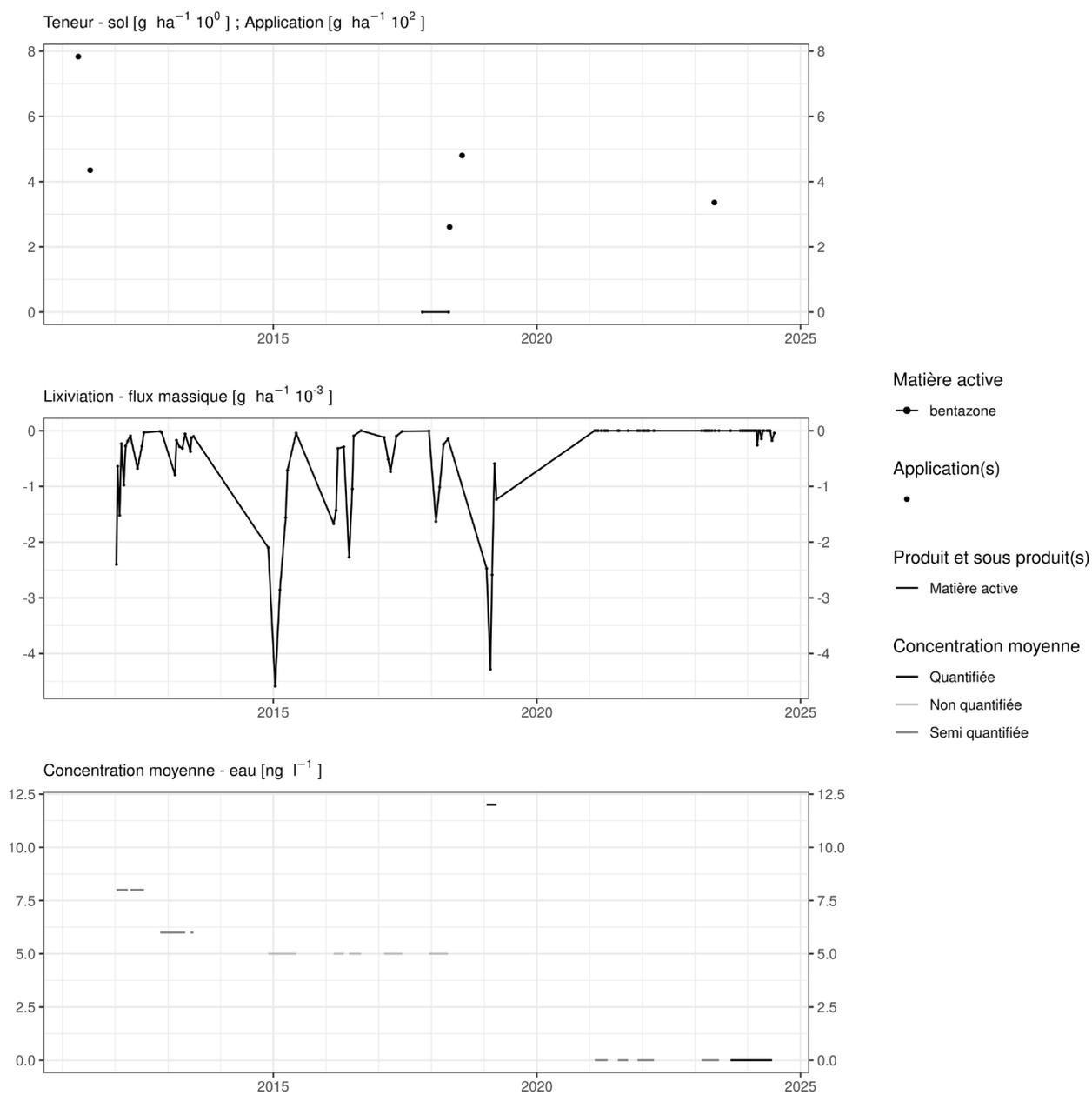
La parcelle Bovenistier (figure 31) présente un itinéraire cultural relativement similaire en termes d'utilisation de bentazone avec des constats similaires en termes de flux et de concentration, à l'exception de l'hiver-printemps 2023-2024 qui n'a pas donné lieu sur cette parcelle aux flux et concentration observés sur la parcelle Chemin de fer.

Sur les parcelles Sol-Résidus (figure 32 à figure 35), une expérimentation a été menée en 2019 afin de suivre la lixiviation de cette matière active sur une parcelle qui n'en a jamais reçu. Un apport de près de 700 g.ha<sup>-1</sup> a été réalisé fin de printemps 2019. Les flux massiques mesurés dans les échantillons d'eau collectés aux exutoires des quatre lysimètres depuis lors n'ont que rarement excédé le centième de g.ha<sup>-1</sup>. Les concentrations moyennes observées au cours des périodes de percolation qui ont suivi sont restées inférieures à 10 ng.L<sup>-1</sup>.

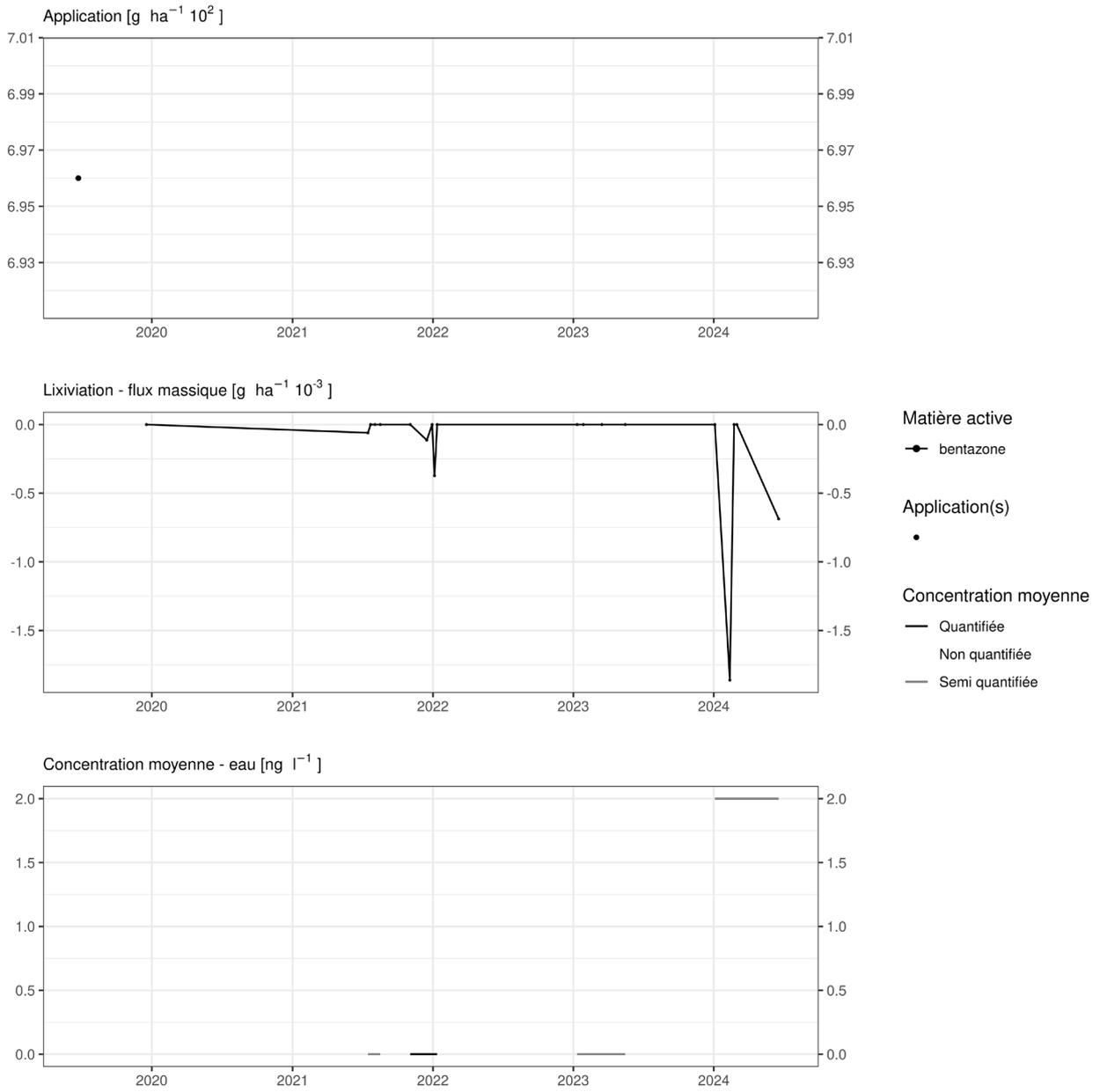
A l'échelle surfacique, le flux « moyen » de bentazone à l'exutoire des lysimètres (1 m<sup>2</sup> de section) est de 1 µg (3 lysimètres : 1.08 µg ; 1.18 µg et 0.41 µg). Le flux correspond donc à 1/70.000ème de la dose apportée, soit un peu plus d'un millième de pourcent.



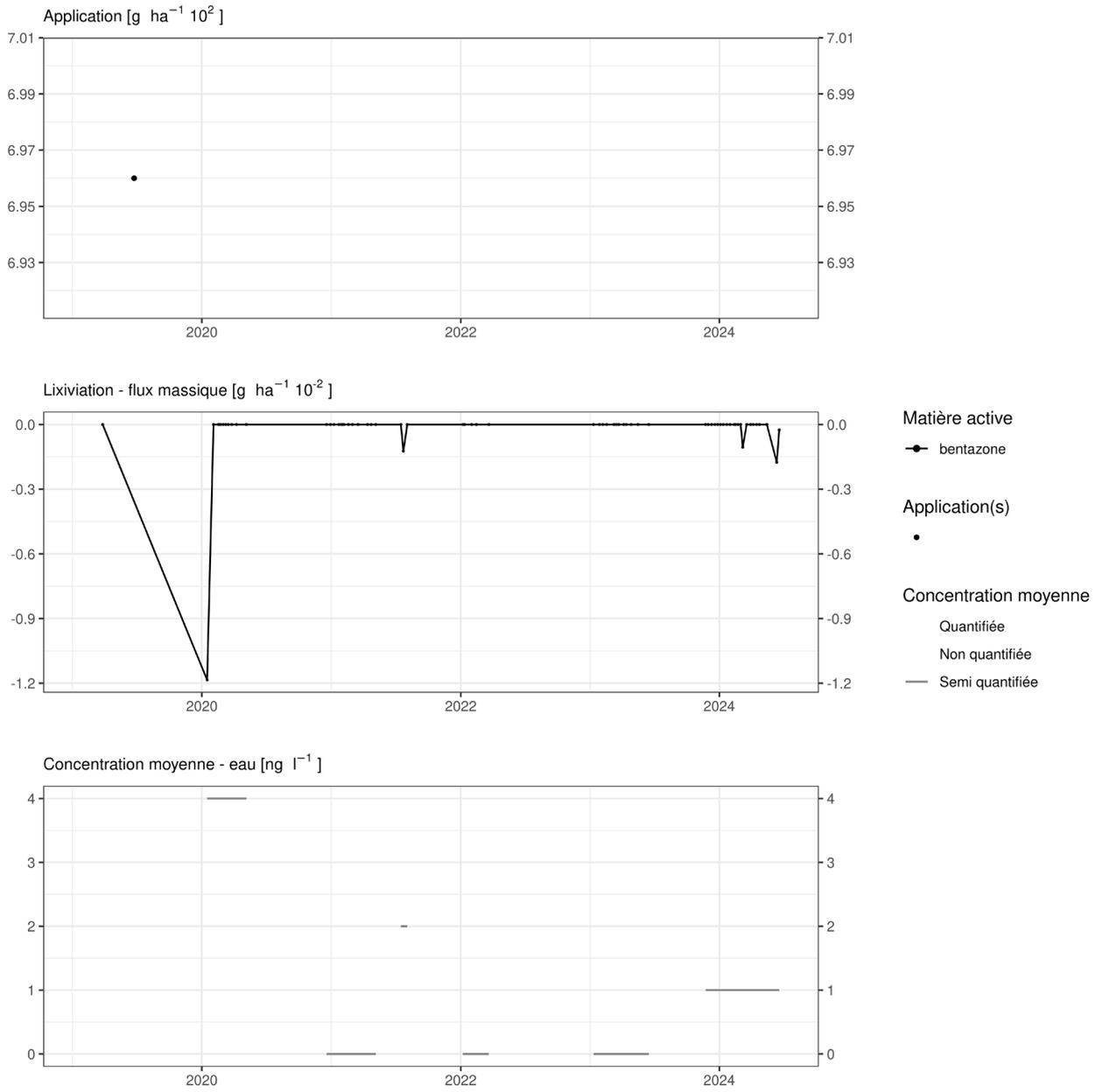
**Figure 30. Applications et suivi de la teneur en bentazone dans la parcelle Chemin de fer.**



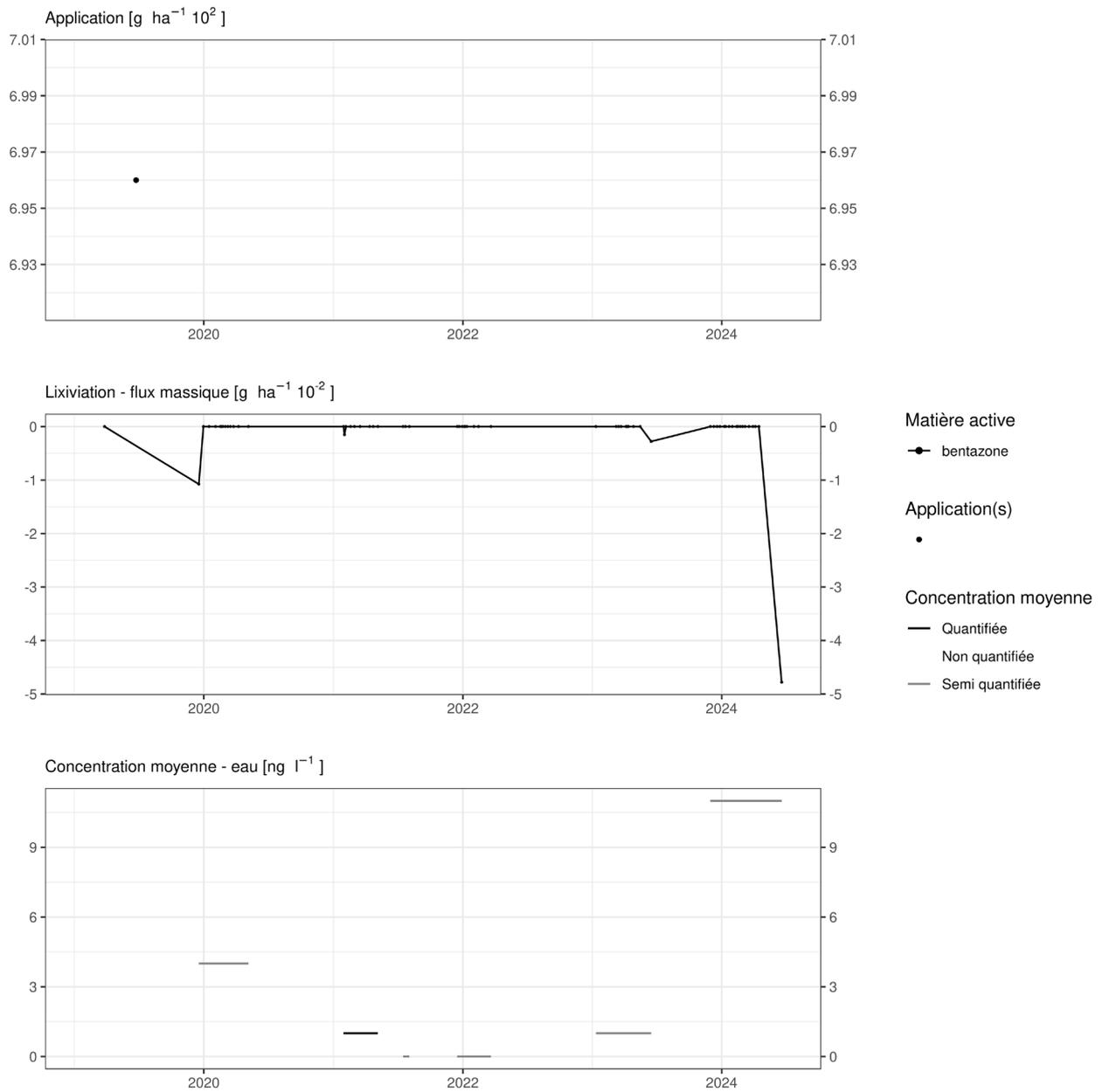
**Figure 31. Applications et suivi de la teneur en bentazone dans la parcelle Bovenistier.**



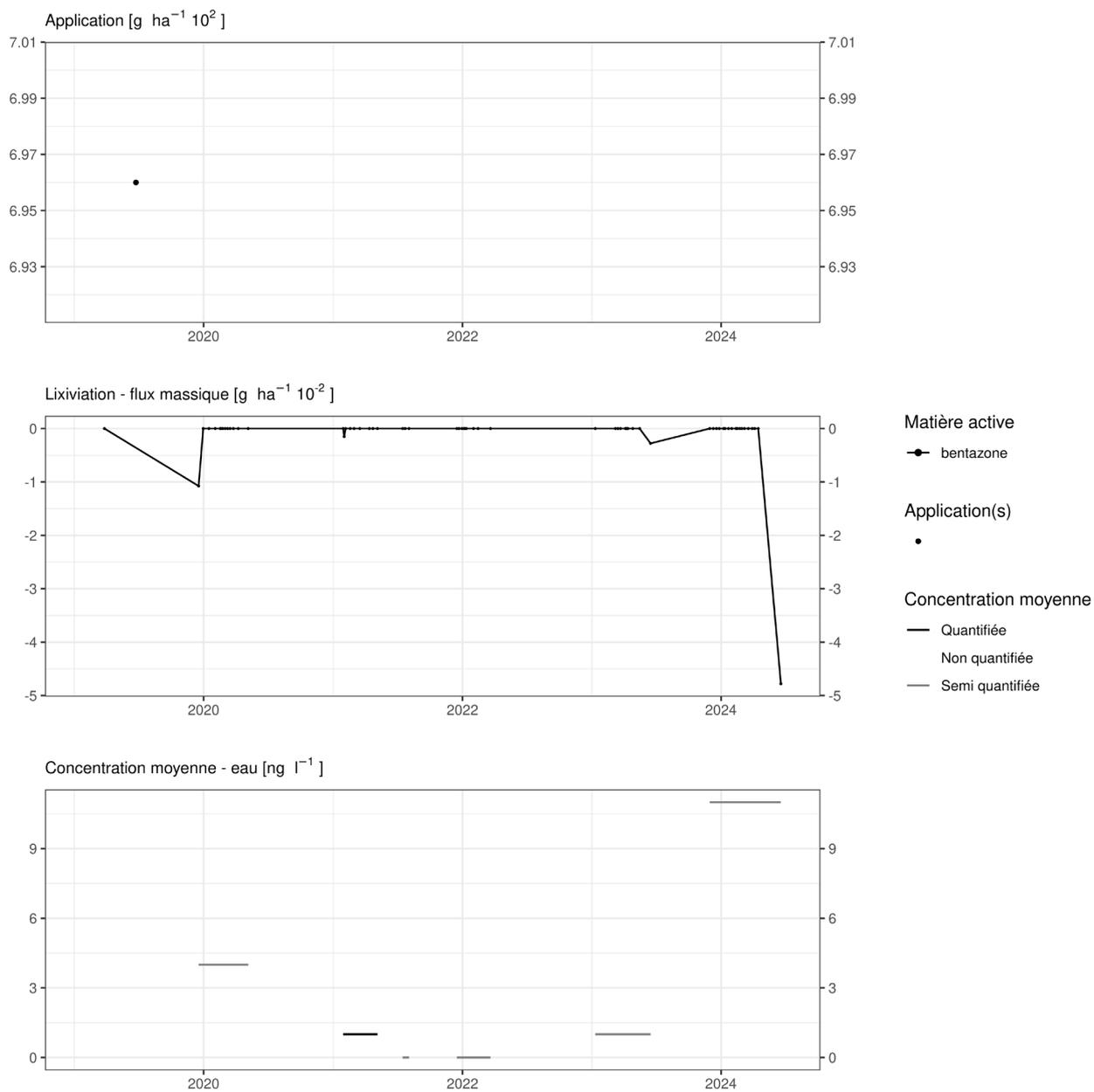
**Figure 32. Applications et suivi de la teneur en bentazone dans la parcelle SR4.**



**Figure 33. Applications et suivi de la teneur en bentazone dans la parcelle SR8.**



**Figure 34. Applications et suivi de la teneur en bentazone dans la parcelle SR12.**



**Figure 35. Applications et suivi de la teneur en bentazone dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines.

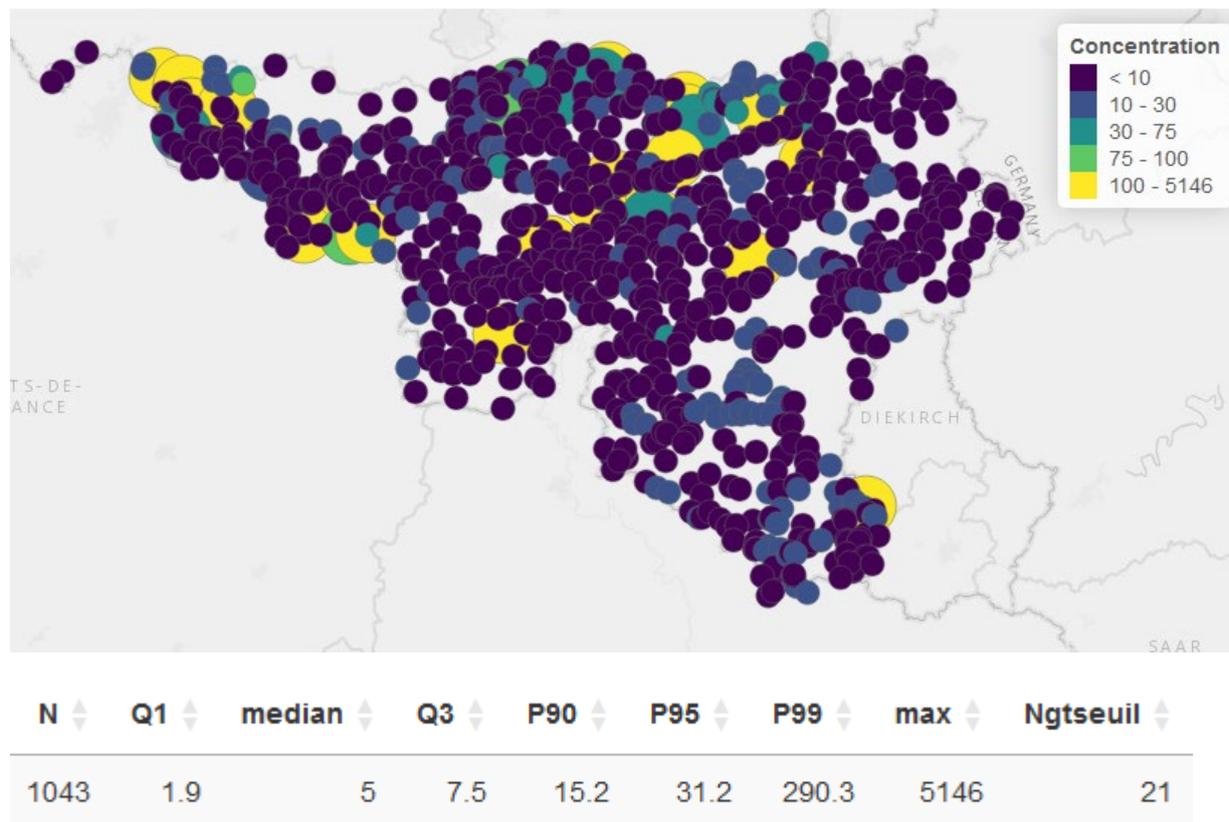


Figure 36. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en bentazone observées dans les eaux souterraines.

## 14.6 Benzovindiflupyr

Le benzovindiflupyr est un fongicide SDHI utilisé sur culture de froment dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette molécule est suivie dans le sol depuis mai 2020 avec une LOQ de 0.6  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  puis de 1.2  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  à partir de mai 2022. Sa DT50 dans le sol est de 127.3 jours au champs<sup>7</sup>.

Quelques semaines après un traitement, les observations (figures 37 à 41) sont les suivantes :

- sur la parcelle Haute Bova, un apport de 75  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé en juin 2021 conduit en aout à une concentration dans le sol d'environ 11  $\text{g.ha}^{-1}$ , soit un peu plus de 6  $\text{g.ha}^{-1}$  de plus qu'avant le traitement ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, un apport de 75  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé en juin 2020 conduit à une concentration dans le sol de l'ordre d'une vingtaine de grammes par hectare au cours de l'été qui suit.

Quelques mois après un traitement, les observations sont les suivantes :

- sur la parcelle Haute Bova, l'apport de 75  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé en juin 2021 laisse une concentration dans le sol assez constante au cours de l'hiver qui suit, de l'ordre de la quinzaine de grammes par hectare ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, le traitement de 75  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé en juin 2020 laisse une concentration de l'ordre de quinzaine de grammes par hectare au cours de l'hiver qui suit.

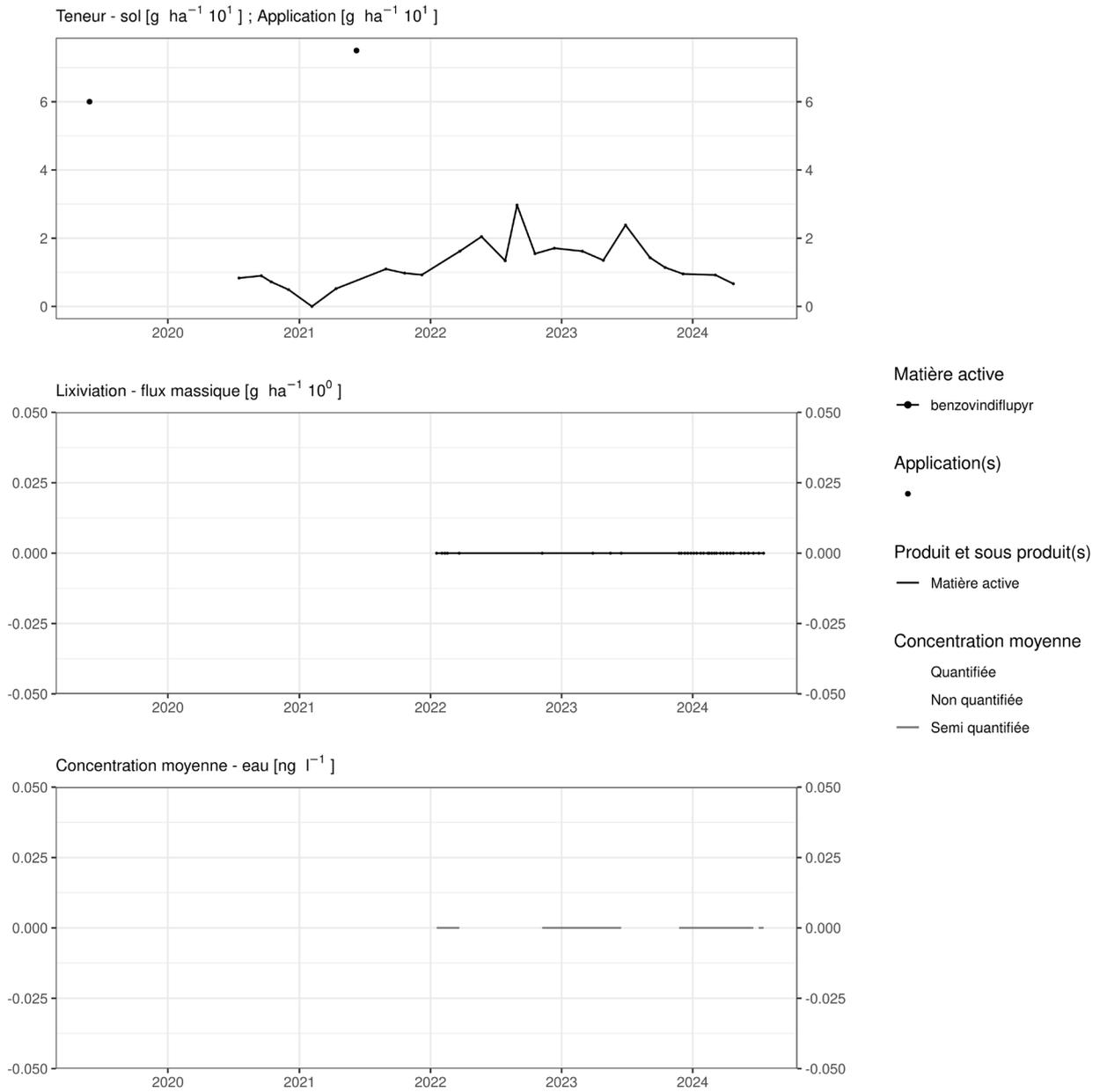
A plus long terme (deux ans) après l'apport (Haute Bova, 2019), la concentration dans le sol est inférieure à la dizaine de gramme par hectare.

### **EAU**

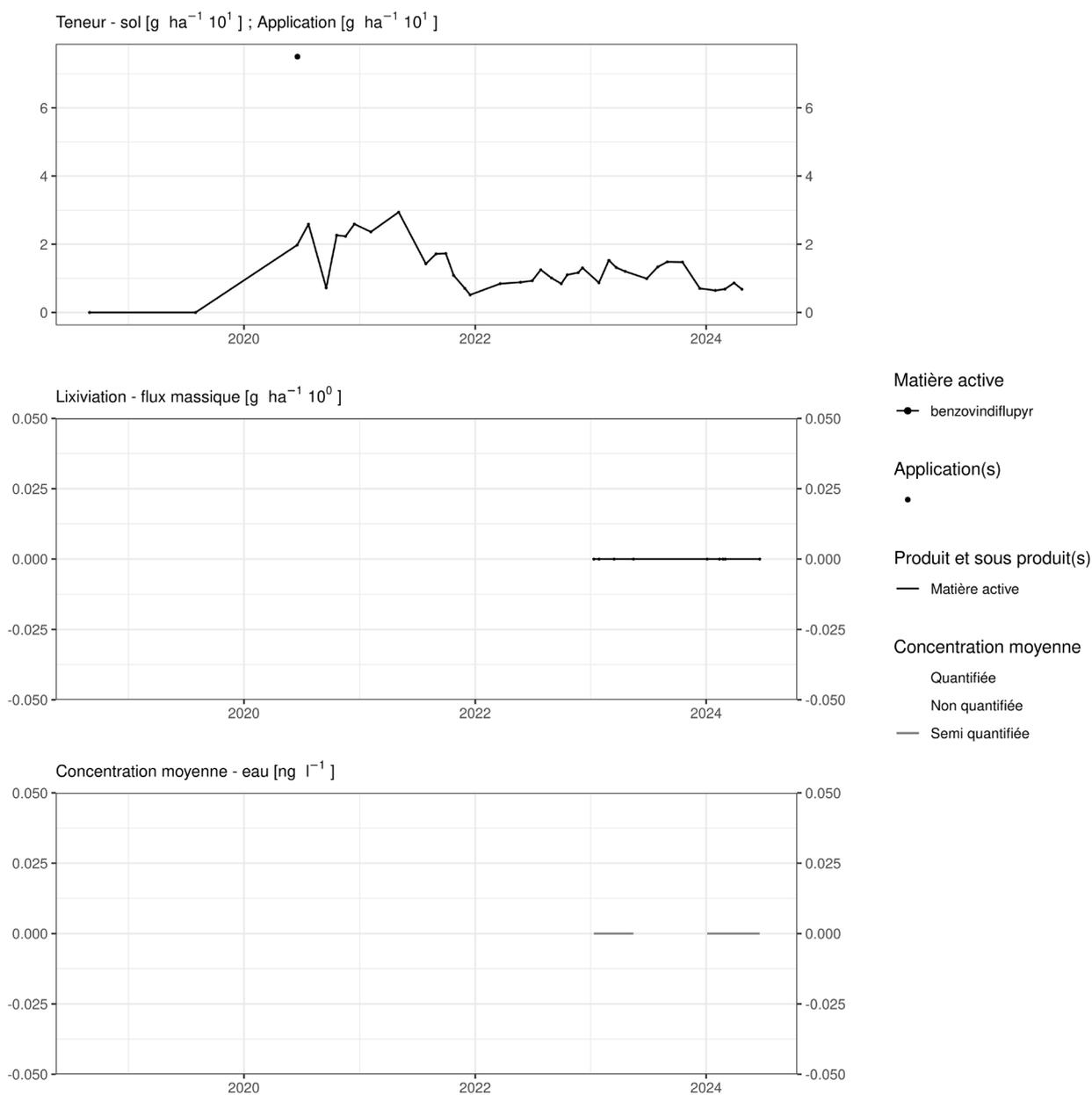
Cette matière active est suivie dans l'eau depuis février 2022 avec une LOQ de 0.1  $\mu\text{g.L}^{-1}$ .

Pour les lysimètres de la plateforme Sol-Résidus, les concentrations sont toujours inférieures à la LOQ lorsqu'il a été identifié ce qui est en accord avec son indice GUS qui est de 0.91<sup>7</sup>.

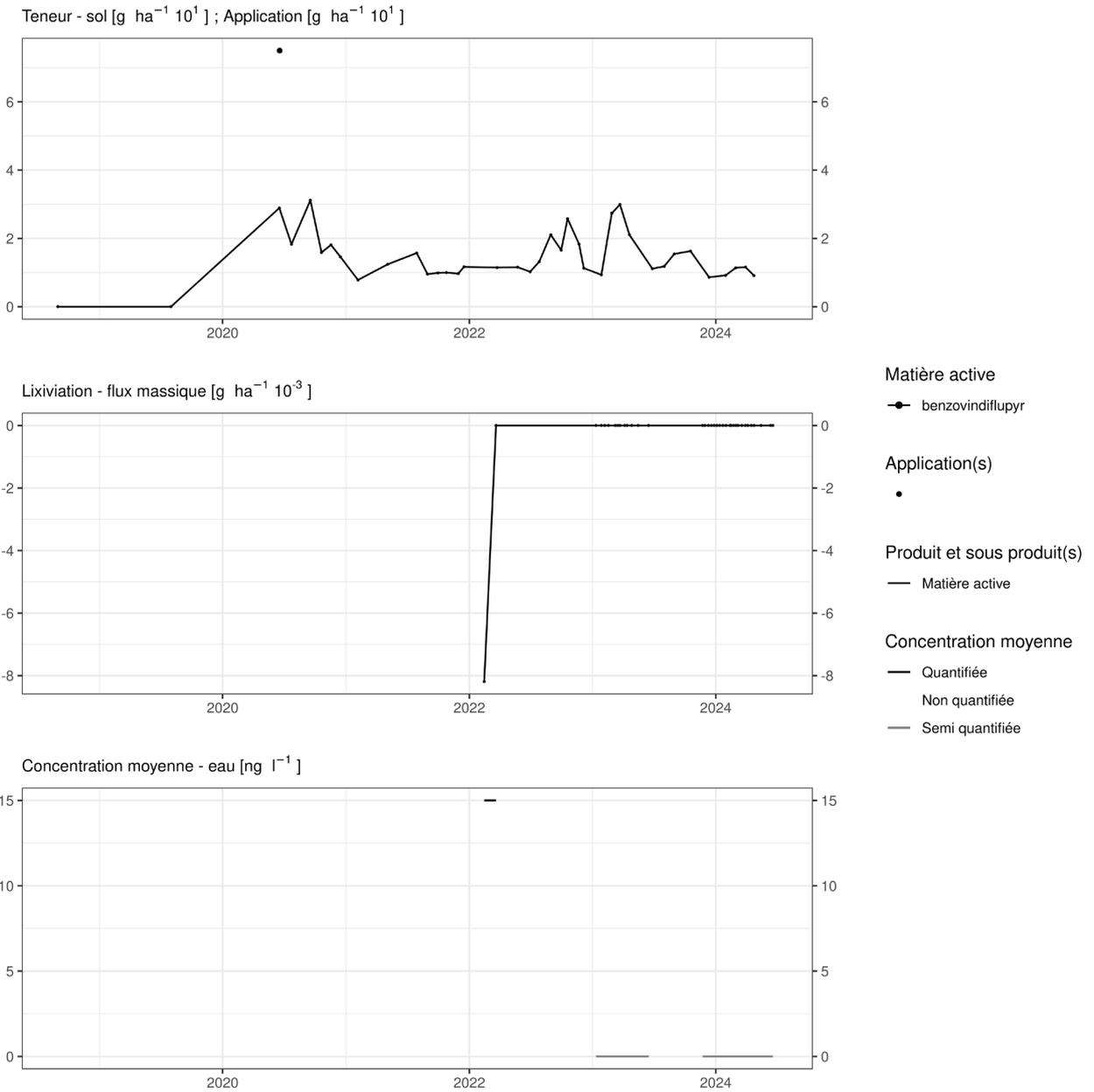
Sur la parcelle Haute Bova, elle n'a jamais été détectée.



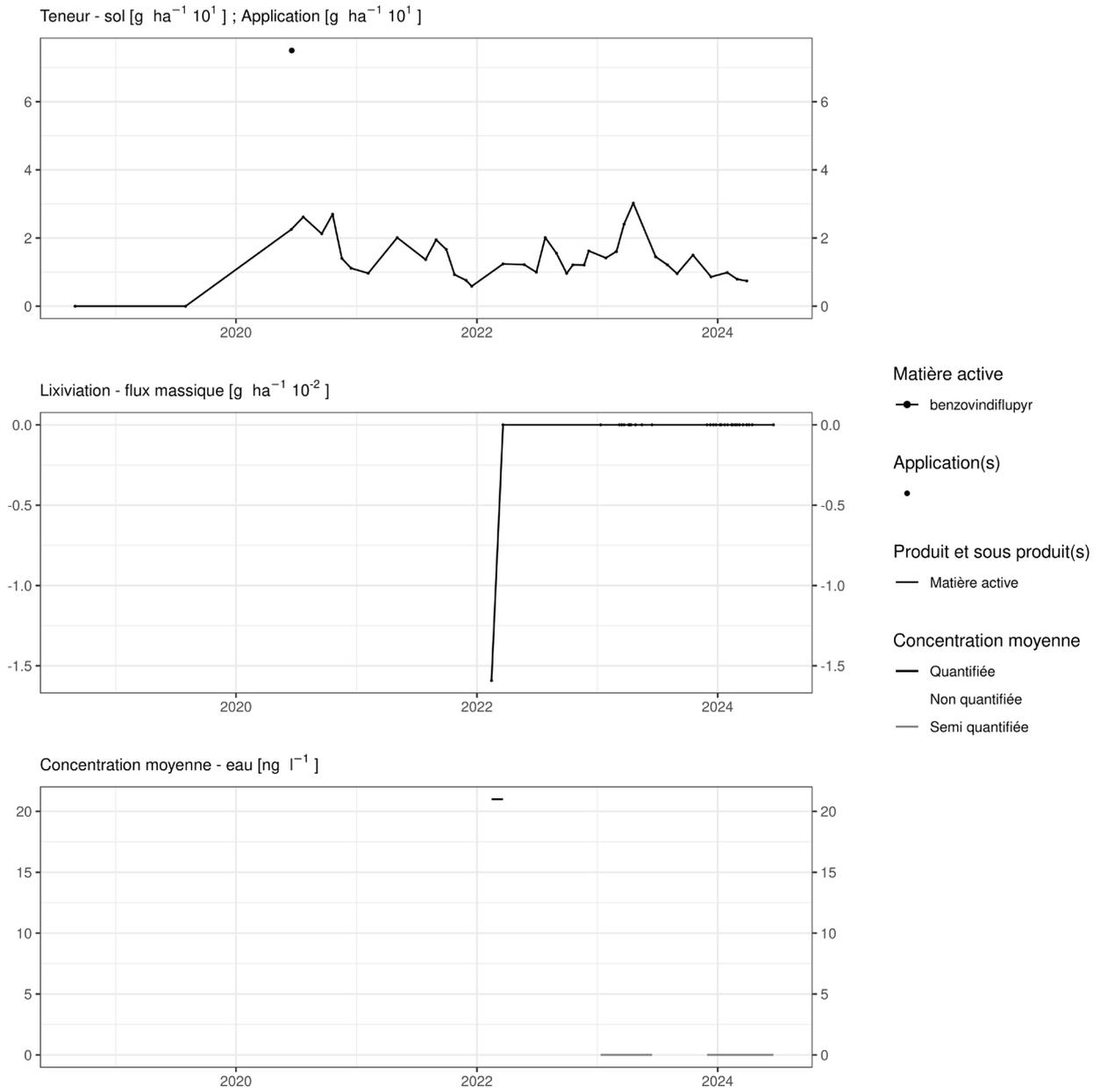
**Figure 37. Applications et suivi de la teneur en benzovindiflupyr dans la parcelle Haute Bova.**



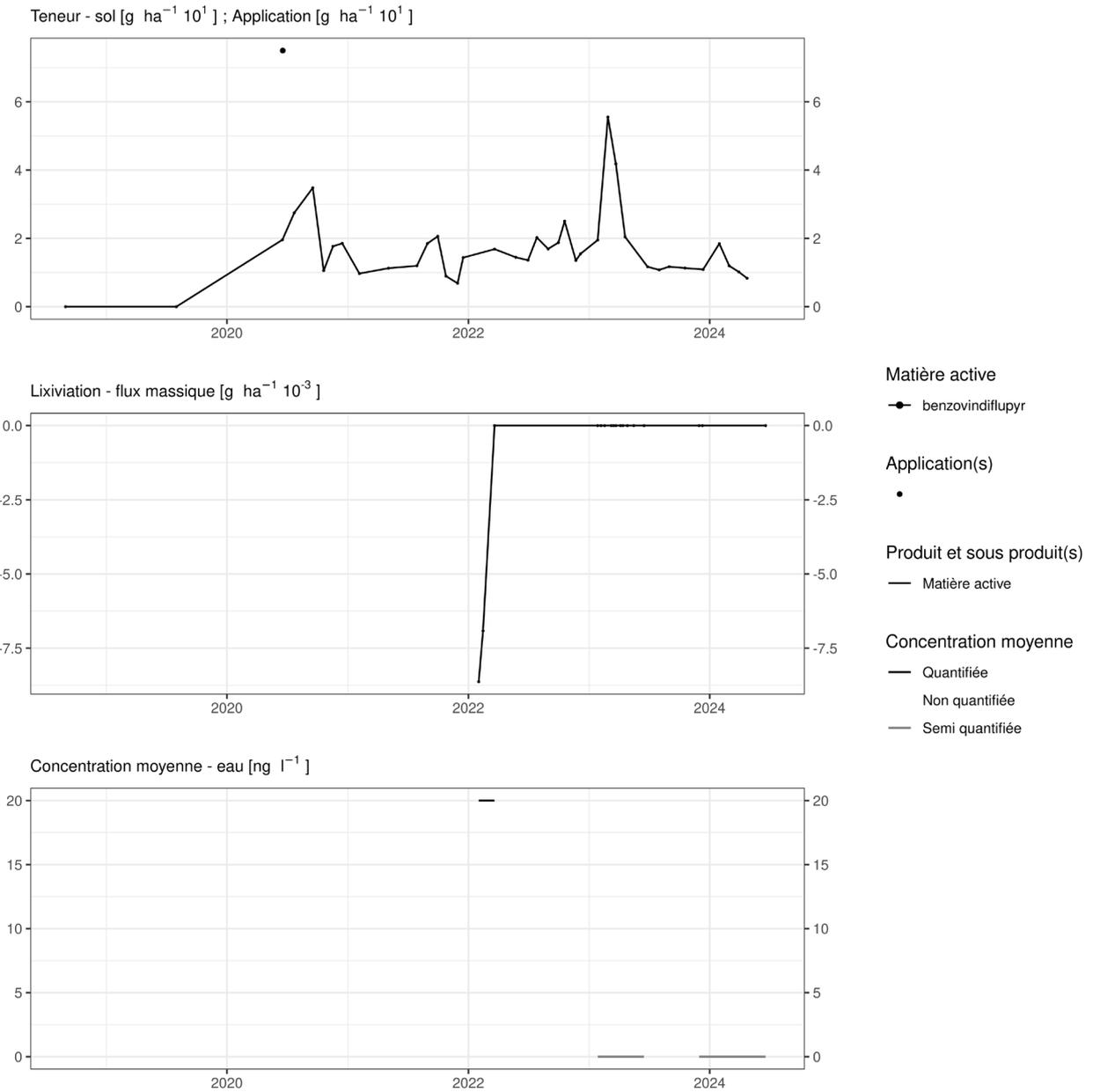
**Figure 38. Applications et suivi de la teneur en benzovindiflupyr dans la parcelle SR4.**



**Figure 39. Applications et suivi de la teneur en benzovindiflupyr dans la parcelle SR8.**



**Figure 40. Applications et suivi de la teneur en benzovindiflupyr dans la parcelle SR12.**



**Figure 41. Applications et suivi de la teneur en benzovindiflupyr dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.7 Bixafen

Le bixafen est un fongicide SDHI utilisé sur culture de froment dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette matière active est suivie dans les sols depuis mai 2020 avec une LOQ de 0.3  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  puis à partir de mai 2022 une LOQ de 0.6  $\mu\text{g.kg}^{-1}$ . Sa DT 50 dans le sol 254 jours.

Quelques semaines après un traitement, les observations (figures 42 à 48) sont les suivantes :

- sur la parcelle Chemin de fer, un apport d'environ 75  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé fin mai 2020 conduit en juillet à une concentration dans le sol d'environ 80  $\text{g.ha}^{-1}$  (laissant déjà présager un résidu du traitement réalisé en 2016) ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, un apport d'un peu moins de 100  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé fin mai 2018 conduit à une concentration dans le sol de l'ordre d'une centaine de grammes par hectare en aout.

Quelques mois après un traitement, les observations sont les suivantes :

- sur la parcelle Chemin de fer, l'apport d'environ 75  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé fin mai 2020 laisse une concentration dans le sol en automne-hiver 2020-2021 de l'ordre de la cinquantaine de grammes par hectare ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, le traitement (un peu moins de 100  $\text{g.ha}^{-1}$ ) réalisé fin mai 2018 a laissé une concentration de l'ordre d'une centaine grammes par hectare à l'automne de la même année.

A plus long terme (plus de trois ans) après l'apport, les observations sont les suivantes :

- sur la parcelle Haute Bova, deux traitements réalisés en 2015 et 2017 (pour un total d'environ 160  $\text{g/ha}$ ) sont décelés à hauteur d'une trentaine de grammes par hectare de 2020 à 2024 ;
- sur la parcelle Chemin de fer, deux traitements réalisés en 2016 et 2020 sont décelés dans des quantités similaires dans le sol jusqu'en 2024 ;
- sur la parcelle Bovenistier, un traitement (un peu plus de 75  $\text{g.ha}^{-1}$ ) réalisé en 2015 est décelé en 2020 et 2021 à hauteur d'une vingtaine de grammes par hectare ;

### **EAU**

Cette matière active est suivie dans l'eau depuis janvier 2022 avec une LOQ de 0.1  $\mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice GUS est de 0.99.

Cette matière active a été observée au moins une fois dans les échantillons d'eau collectés aux exutoires de tous les lysimètres (qui reçoivent un traitement de cette matière active tous les deux ans). Le flux observé n'excède pas 0,03  $\text{g.ha}^{-1}$ .

Les concentrations moyennes observées par période de drainage varient de 50 (moyenne estimée car valeurs toutes inférieures à la LOQ) à 200  $\text{ng.L}^{-1}$ .

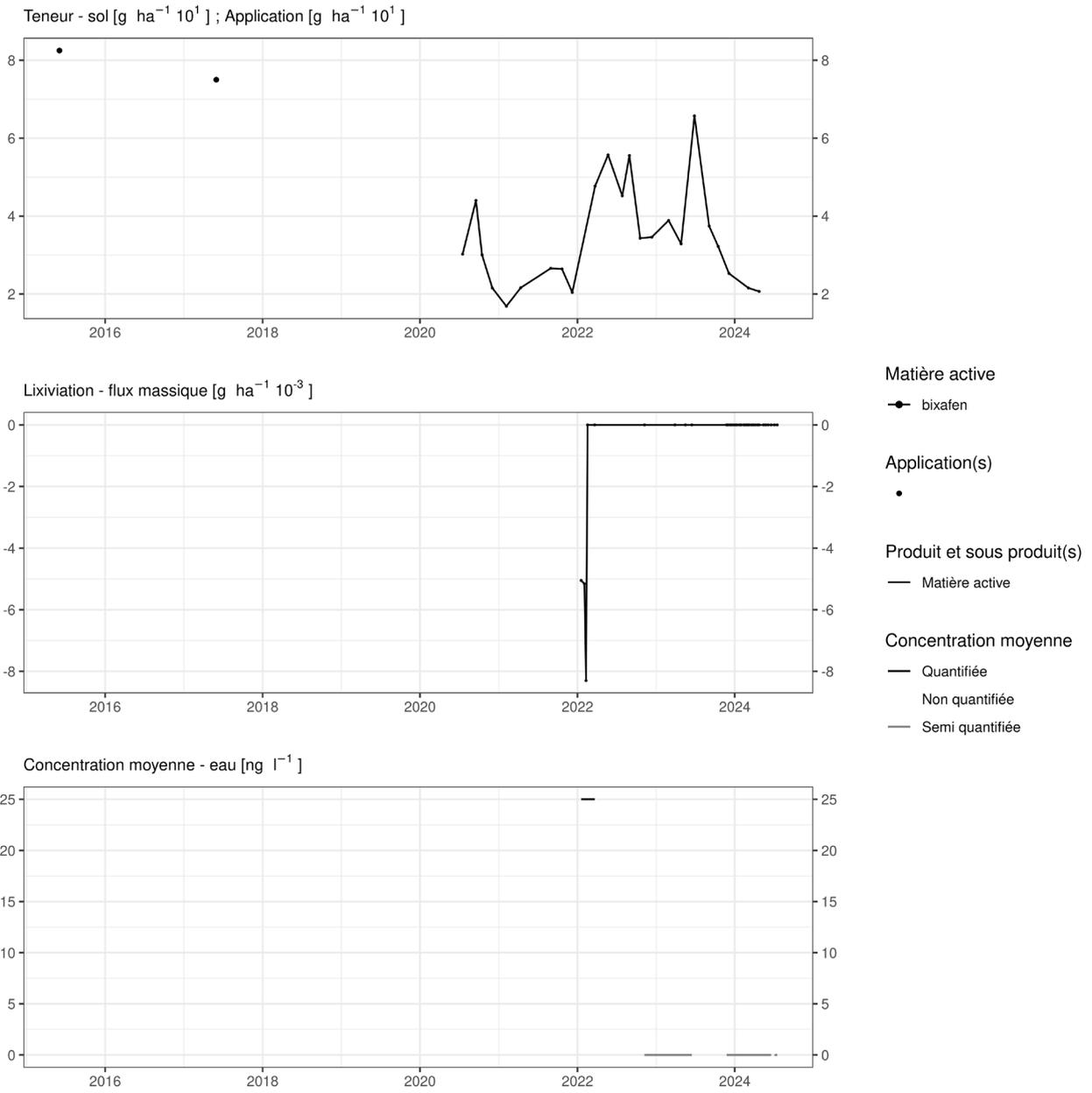
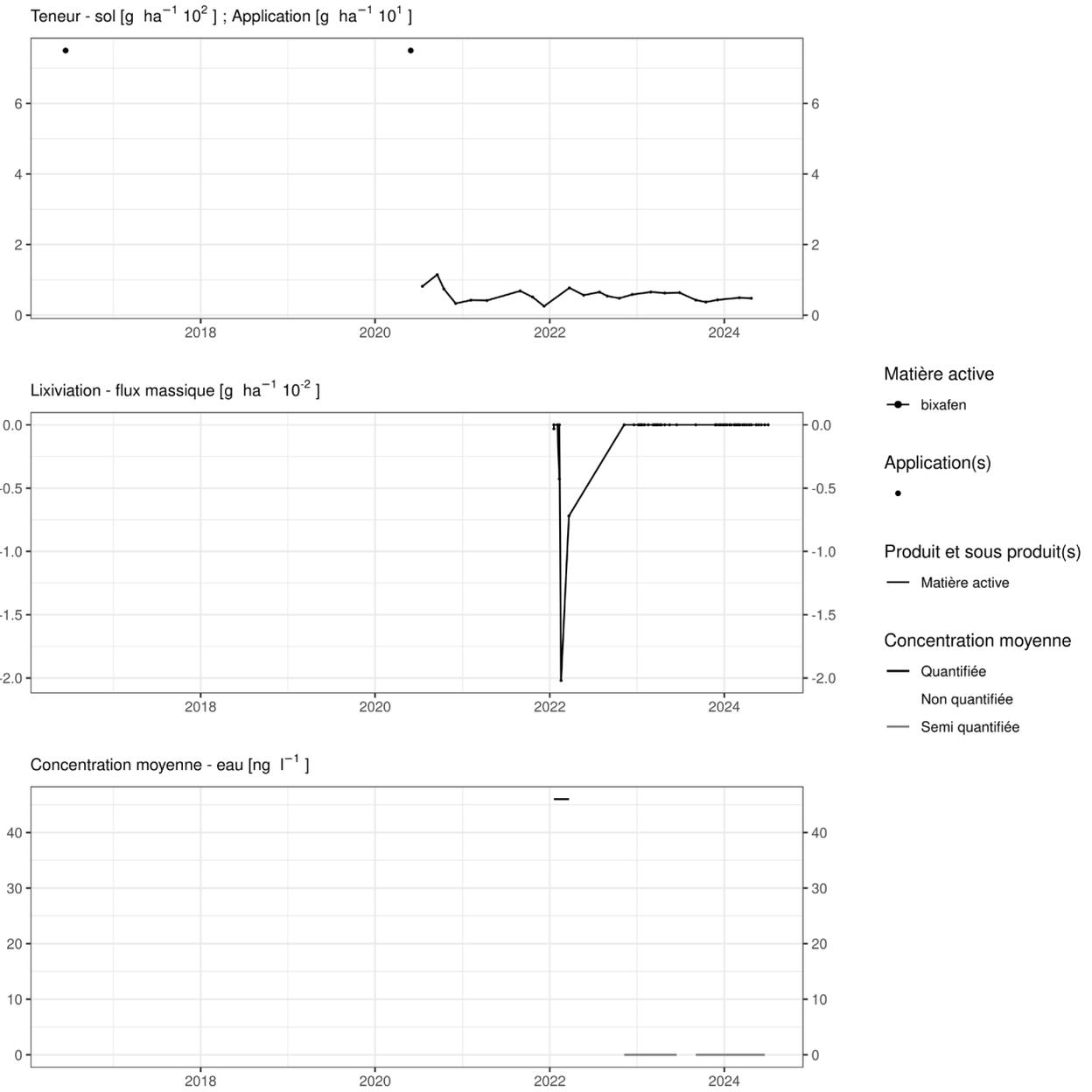
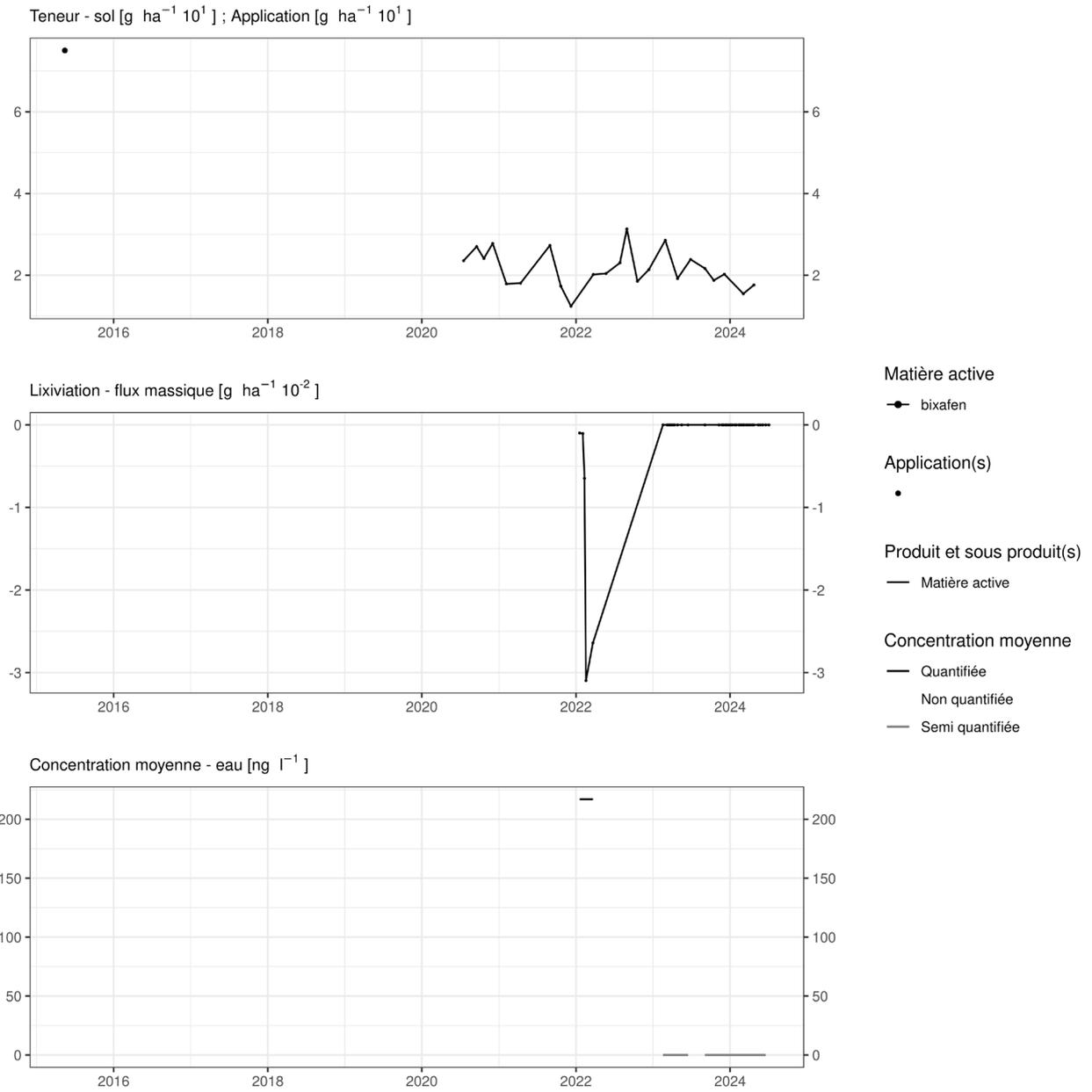


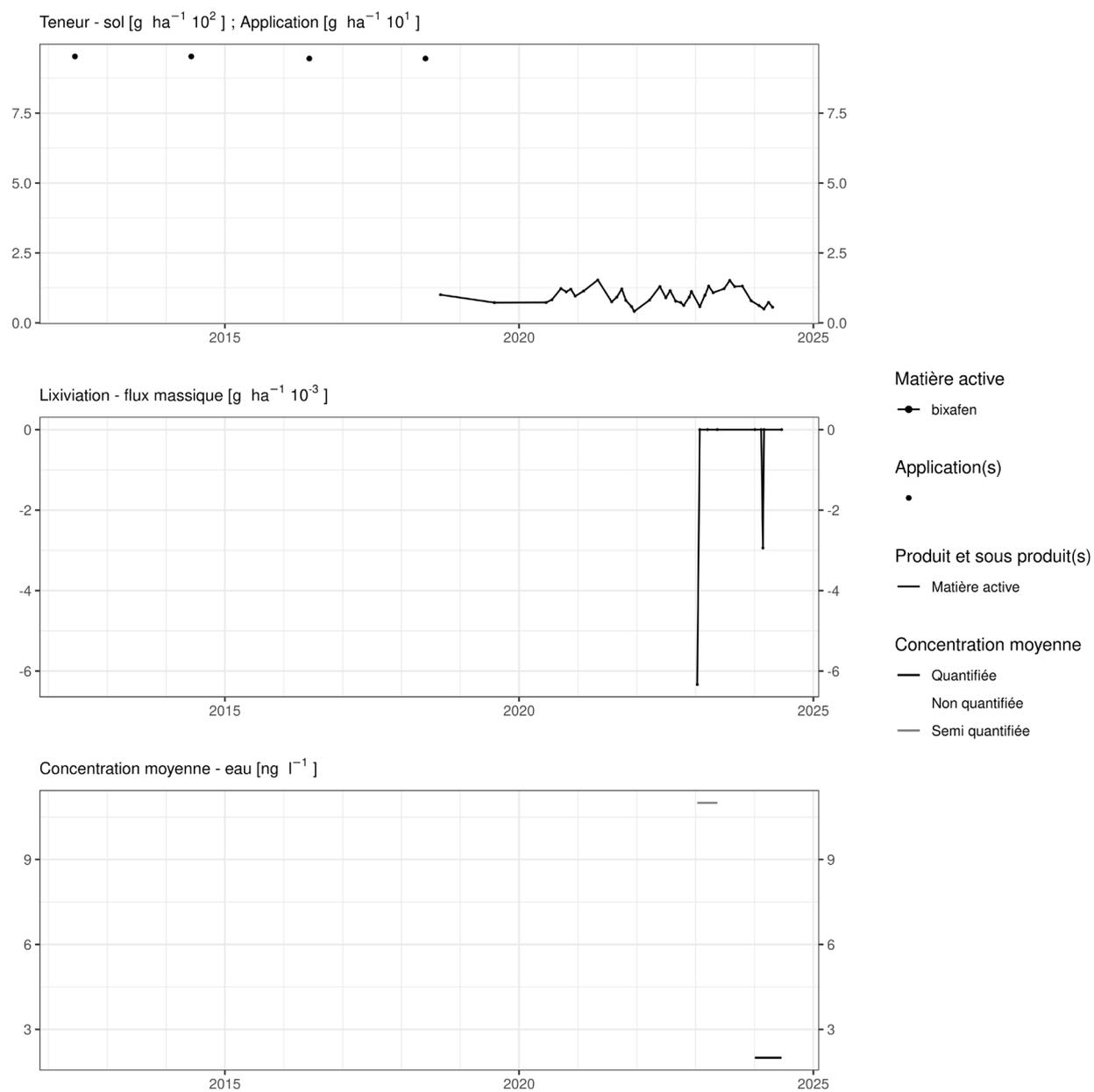
Figure 42. Applications et suivi de la teneur en bixafen dans la parcelle Haute Bova.



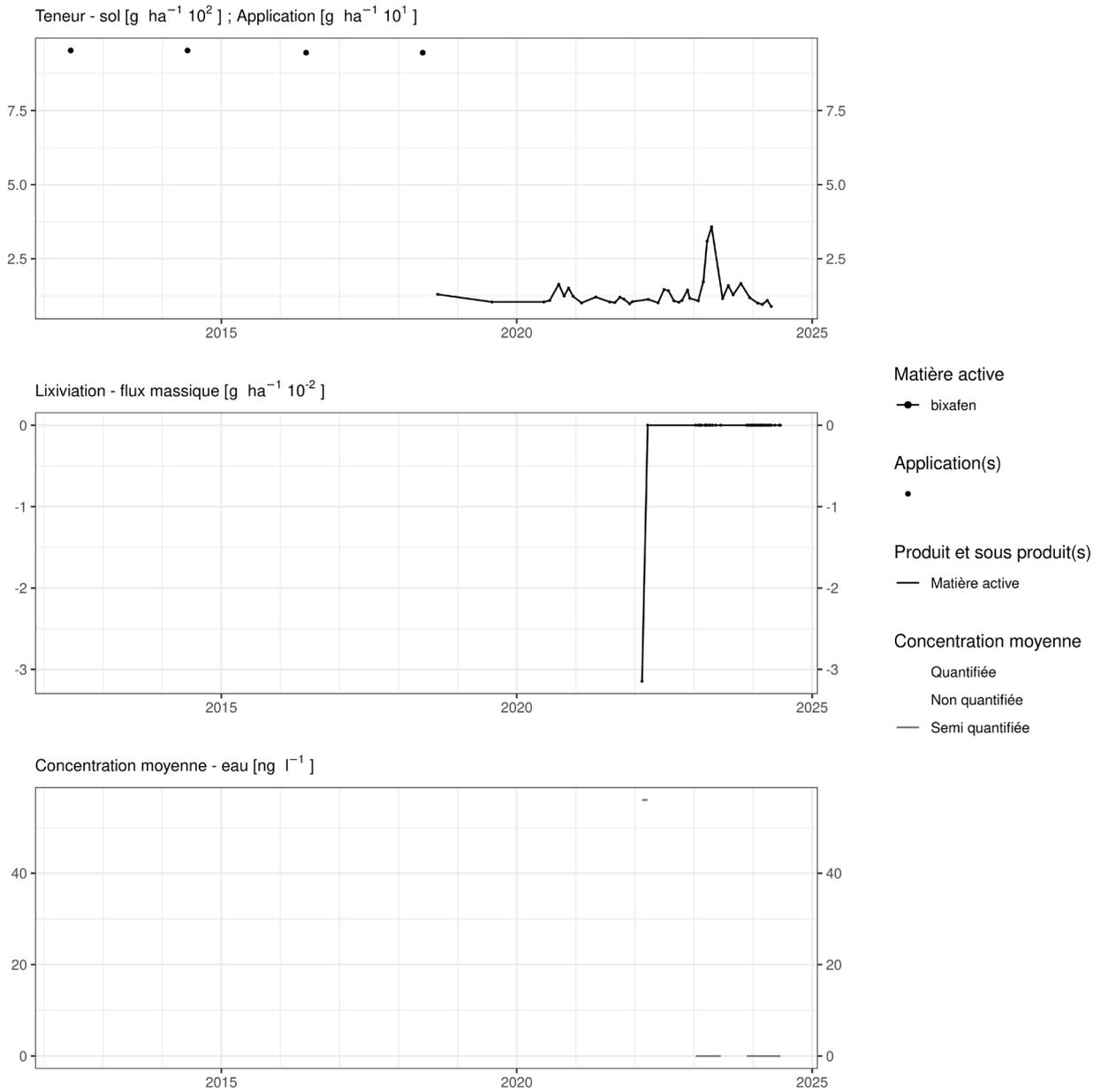
**Figure 43. Applications et suivi de la teneur en bixafen dans la parcelle Chemin de fer.**



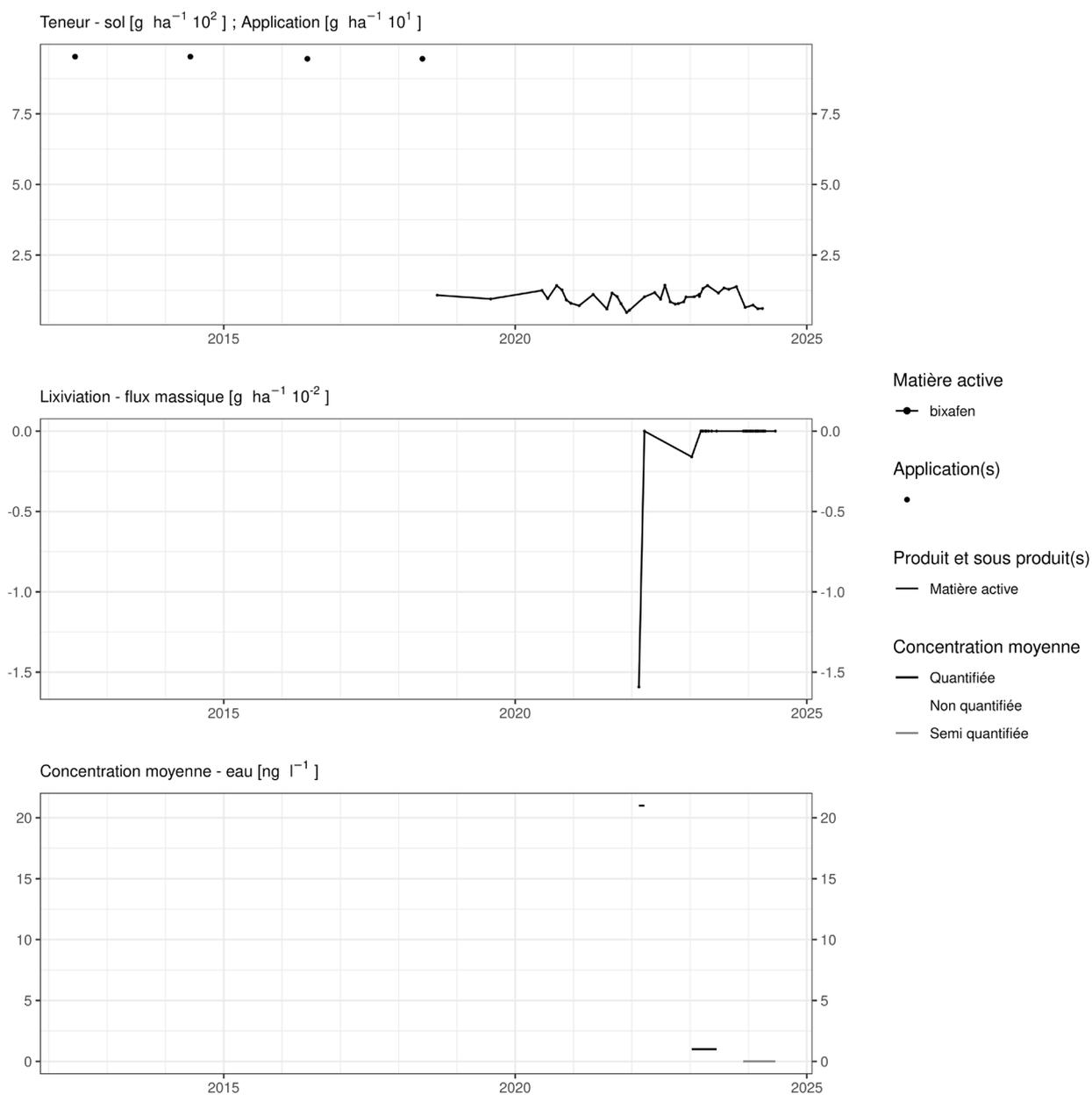
**Figure 44. Applications et suivi de la teneur en bixafen dans la parcelle Bovenistier.**



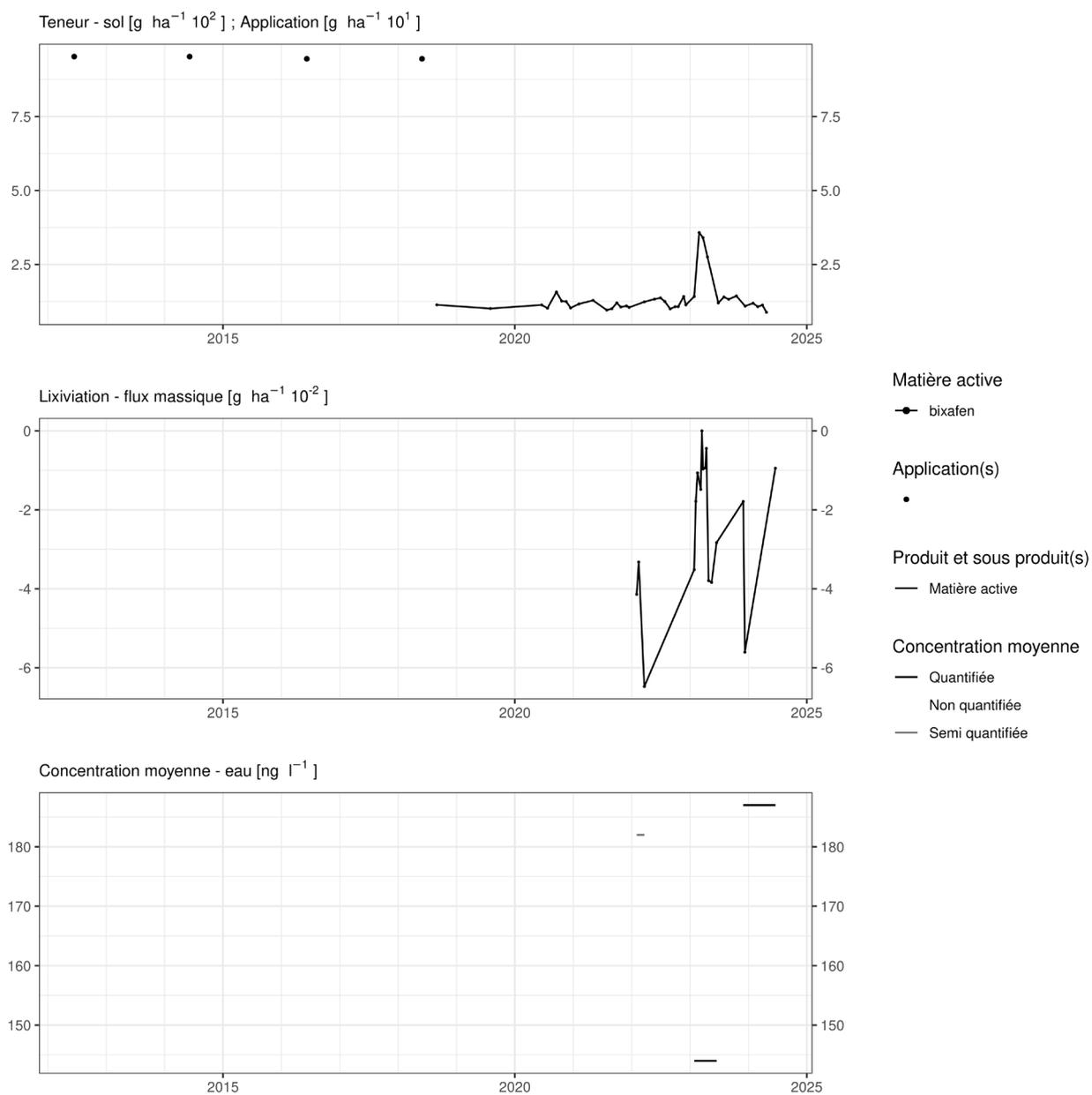
**Figure 45. Applications et suivi de la teneur en bixafen dans la parcelle SR4.**



**Figure 46. Applications et suivi de la teneur en bixafen dans la parcelle SR8.**



**Figure 47. Applications et suivi de la teneur en bixafen dans la parcelle SR12.**



**Figure 48. Applications et suivi de la teneur en bixafen dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il est recommandé de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.8 Boscalid

Le boscalid est un fongicide SDHI utilisé sur culture de pomme de terre, colza, pois, poireau et haricot dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette molécule est suivie dans le sol depuis mai 2020 avec une LOQ de 0.54  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  puis de 1.1  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  depuis mai 2022. Son temps de demi-vie dans le sol est de 254 jours.

Quelques semaines après un traitement, les observations sur la parcelle Bovenistier (figure 50) indiquent que deux apports totalisant 90  $\text{g.ha}^{-1}$  conduisent à une augmentation équivalente de concentration dans le sol.

Quelques mois après un traitement, les observations sont les suivantes :

- sur la parcelle Chemin de fer (figure 49), l'apport réalisé en été 2019 est toujours visible au printemps 2023 ;
- sur la parcelle Bovenistier (figure 50), les apports réalisés en été 2021 sont également toujours visibles au printemps 2023.

Dans les années qui suivent un apport de cette matière active, les observations (figure 49 et figure 50) sont les suivantes :

- sur la parcelle Bovenistier, deux apports réalisés en 2011, totalisant 900  $\text{g.ha}^{-1}$ , sont encore 'à tiers' visibles en 2021 ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, un apport de 250  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé en 2009 est encore visible à une teneur d'environ 15  $\text{g.ha}^{-1}$  en 2023.

### **EAU**

Cette matière active est suivie depuis janvier 2022 avec une LOQ de 0.1  $\mu\text{g.L}^{-1}$ .

Elle est observée au cours de l'hiver-printemps 2022 dans les échantillons d'eau collectés à l'exutoire du lysimètre de la parcelle Bovenistier à une concentration moyenne de 28  $\text{ng.L}^{-1}$ . Depuis lors, elle n'a plus été détectée.

Elle n'a jamais été détectée à l'exutoire du lysimètre de la parcelle Chemin de fer.

Son indice GUS est de 2.68, elle est donc considérée comme moyennement mobile.

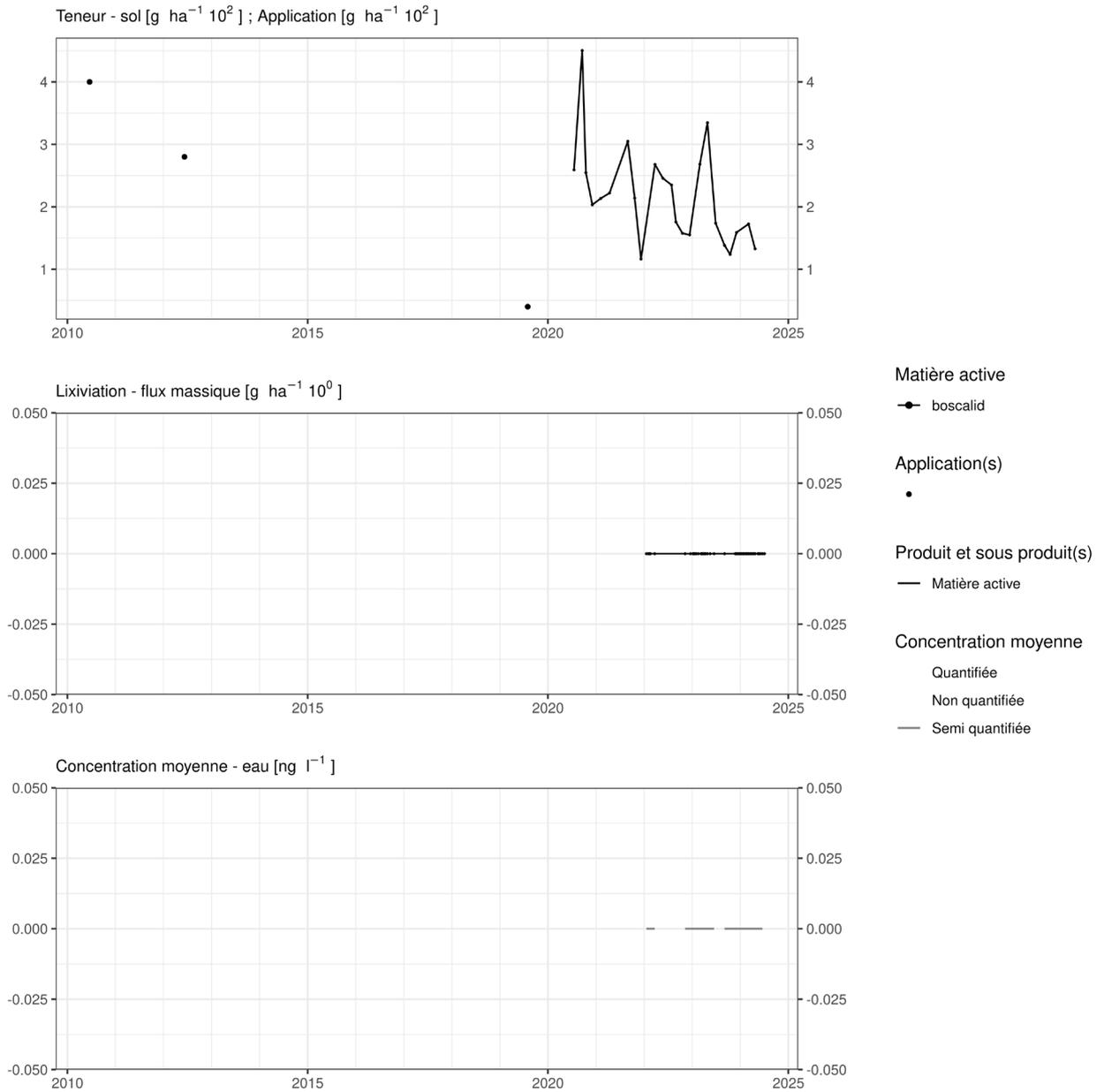
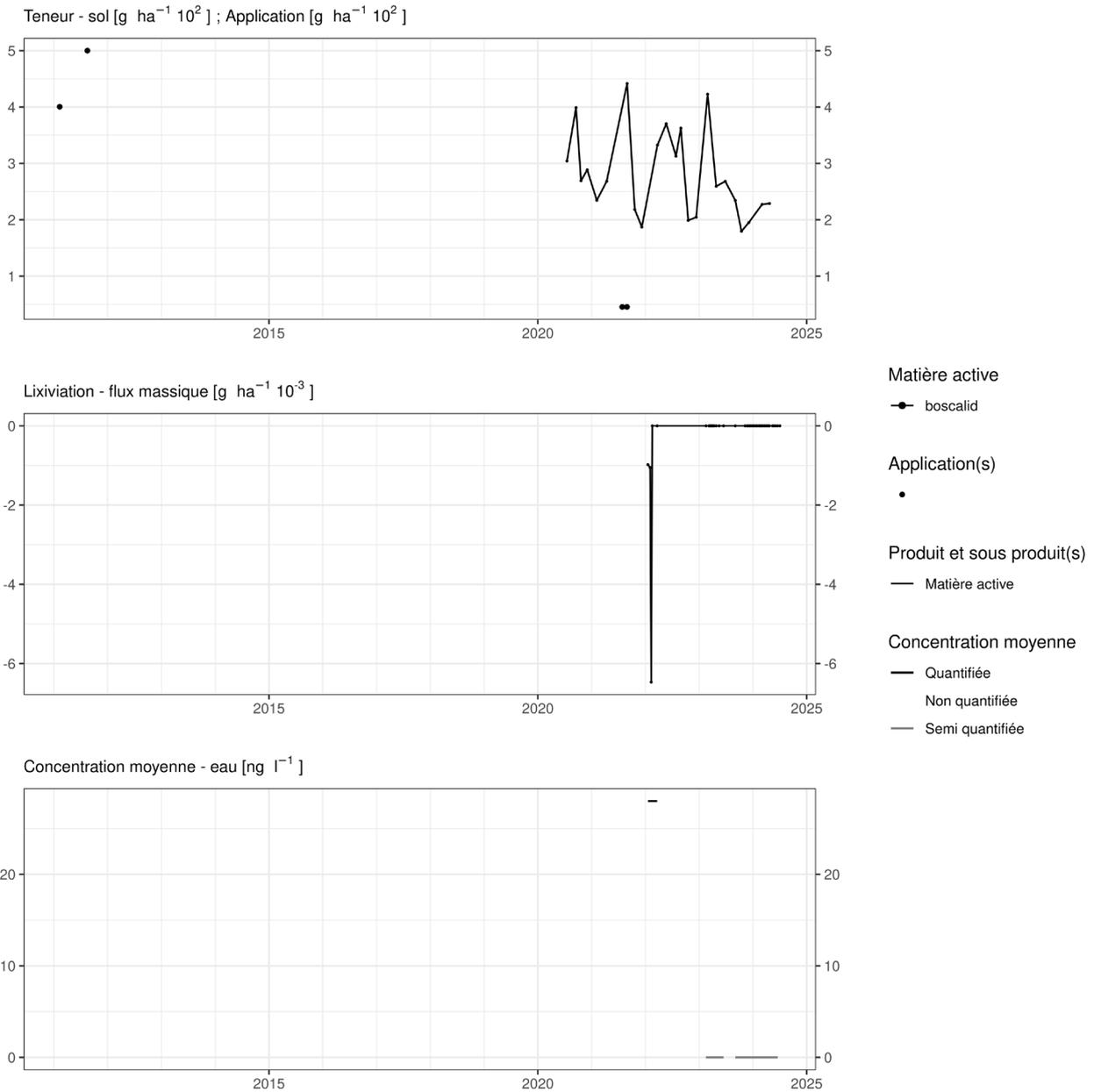


Figure 49. Applications et suivi de la teneur en boscalid dans la parcelle Chemin de fer.



**Figure 50. Applications et suivi de la teneur en boscalid dans la parcelle Bovenistier.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.9 Chlorantraniliprole

Le chlorantraniliprole est un insecticide appliqué sur culture de pommes de terre dans deux parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

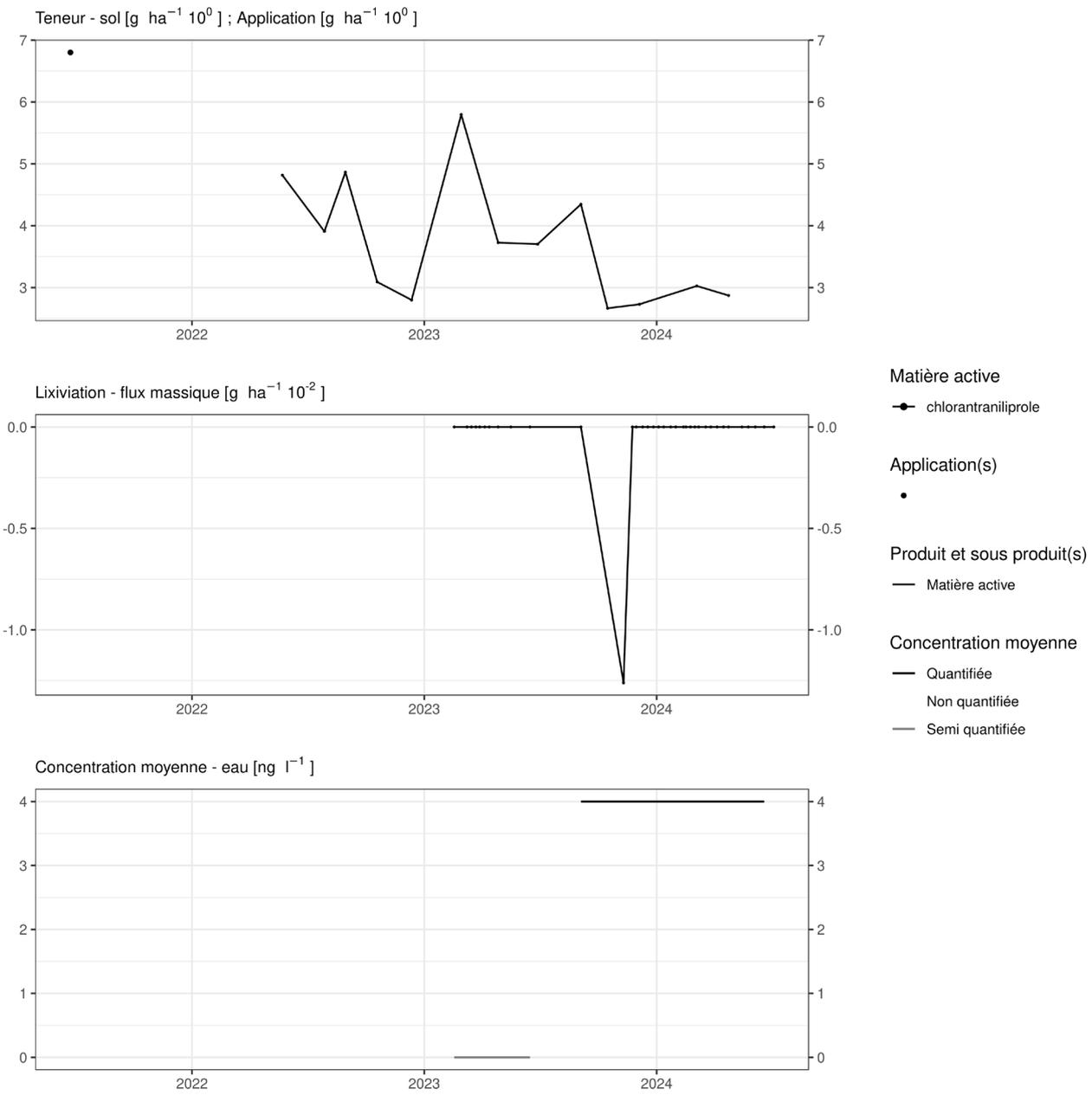
Cette molécule est suivie dans le sol et dans l'eau depuis mai 2022. Sa LOQ dans le sol est de  $0.5 \mu\text{g.kg}^{-1}$  et son temps de demi-vie est de 204 jours. Dans l'eau, sa LOQ est de  $0.1 \mu\text{g.L}^{-1}$  et son indice de lixiviation GUS est de 3.51.

Un à deux ans après l'apport, les observations réalisées dans la parcelle Bovenistier (figure 51) et Chemin de fer (figure 52) indiquent un niveau de concentration dans le sol de l'ordre de la moitié de l'apport. Trois ans après l'apport, la concentration dans le sol est encore réduite de moitié.

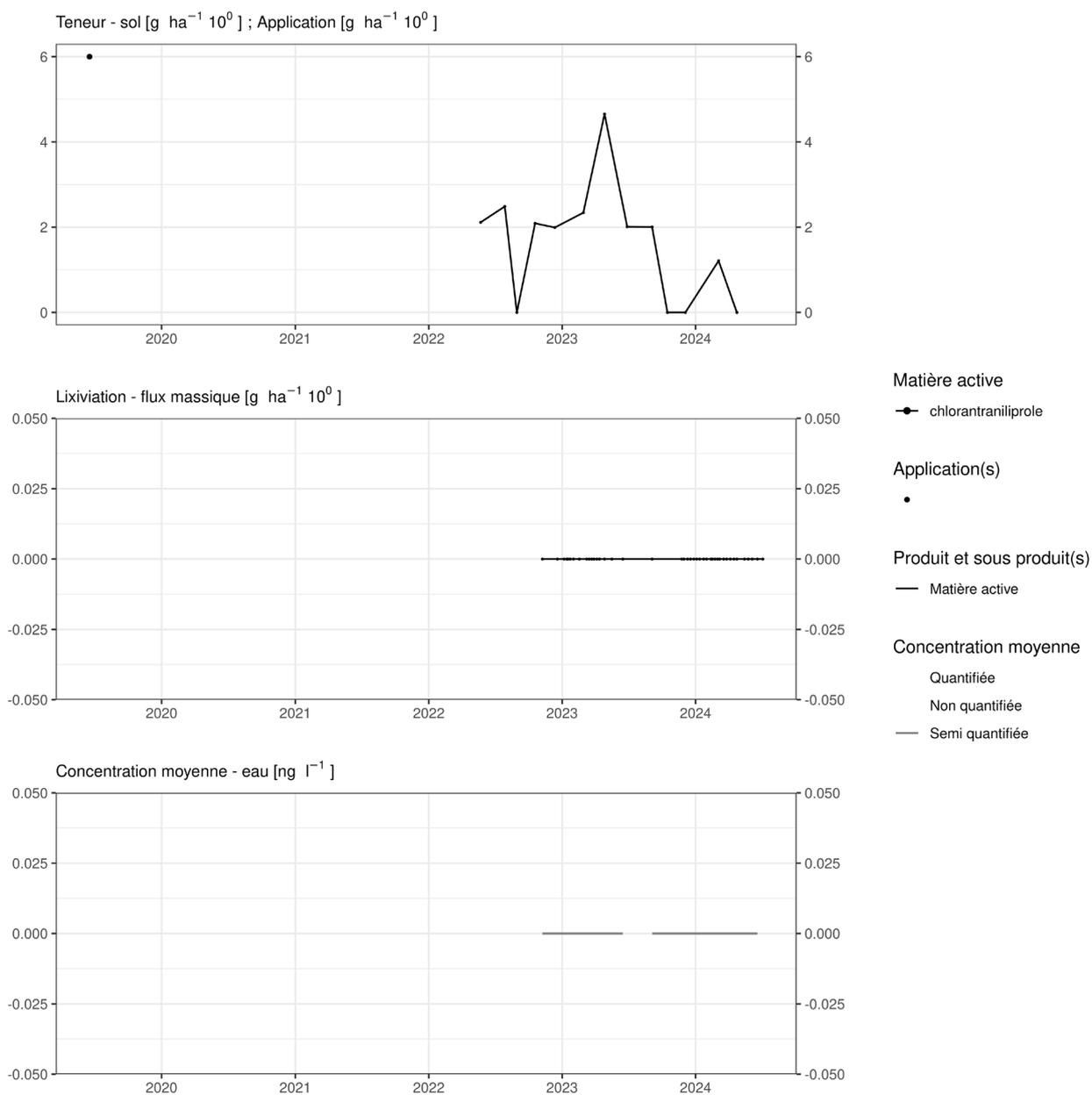
### **EAU**

Dans l'eau, la LOQ de cette matière active est de  $0.1 \mu\text{g.L}^{-1}$  et son indice de lixiviation GUS est de 3.51.

Cette matière active n'a, à l'exception d'un échantillon, pas été détectée dans l'eau collectée à l'exutoire de ces deux lysimètres.



**Figure 51. Applications et suivi de la teneur en chlorantraniliprole dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 52. Applications et suivi de la teneur en chlorantraniliprole dans la parcelle Chemin de fer.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.10 Chloridazon

Le chloridazon est un herbicide qui a été utilisé sur culture de betterave dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Le chloridazon est suivi dans le sol depuis 2018. Sa LOQ était de  $5.8 \mu\text{g.kg}^{-1}$  puis elle est passée à  $0.5 \mu\text{g.kg}^{-1}$  en mai 2022 lors du développement d'une nouvelle méthode analytique sur une autre machine.

Avant mai 2022 et le changement de méthode analytique, cette molécule n'a été quantifiée qu'une seule fois dans le sol de chacune des parcelles de la plateforme expérimentale Sol-Résidus. Depuis mai 2022, elle est quantifiée dans chaque échantillon. Le temps de demi-vie de cette molécule dans le sol est de 18.6 jours.

Son métabolite, le desphényl-chloridazon, n'est pas suivi dans les sols.

Quelques semaines après un traitement, l'observation réalisée par l'ISSeP sur la parcelle Haute Bova (figure 53) indique que l'apport est détecté à cinq fois la quantité apportée. Cette valeur est vraisemblablement aberrante.

Plus de deux ans après l'apport (Haute Bova, 2014 et 2018), le chloridazon n'est plus détecté dans le sol. La concentration dans le sol est inférieure à la dizaine de grammes par hectare.

A plus long terme (plus de huit ans) après l'apport, l'ISSeP a décelé (avant 2018) les métabolites du chloridazon dans le sol (figures 54 à 56) à des concentrations comprises entre 15 et  $60 \text{g.ha}^{-1}$ , soit environ un vingtième d'un apport.

### **EAU**

La LOQ du chloridazon dans l'eau est de  $0.01 \mu\text{g.L}^{-1}$  entre 2018 et mai 2022 puis de  $0.02 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice de lixiviation GUS est de 2.16.

Pour le desphényl-chloridazon, la LOQ est de  $0.02 \mu\text{g.L}^{-1}$  jusqu'en mai 2022 puis de  $0.05 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Ce métabolite est vu dans tous les échantillons d'eau ce qui est en accord avec son indice de lixiviation GUS qui est de 5.46.

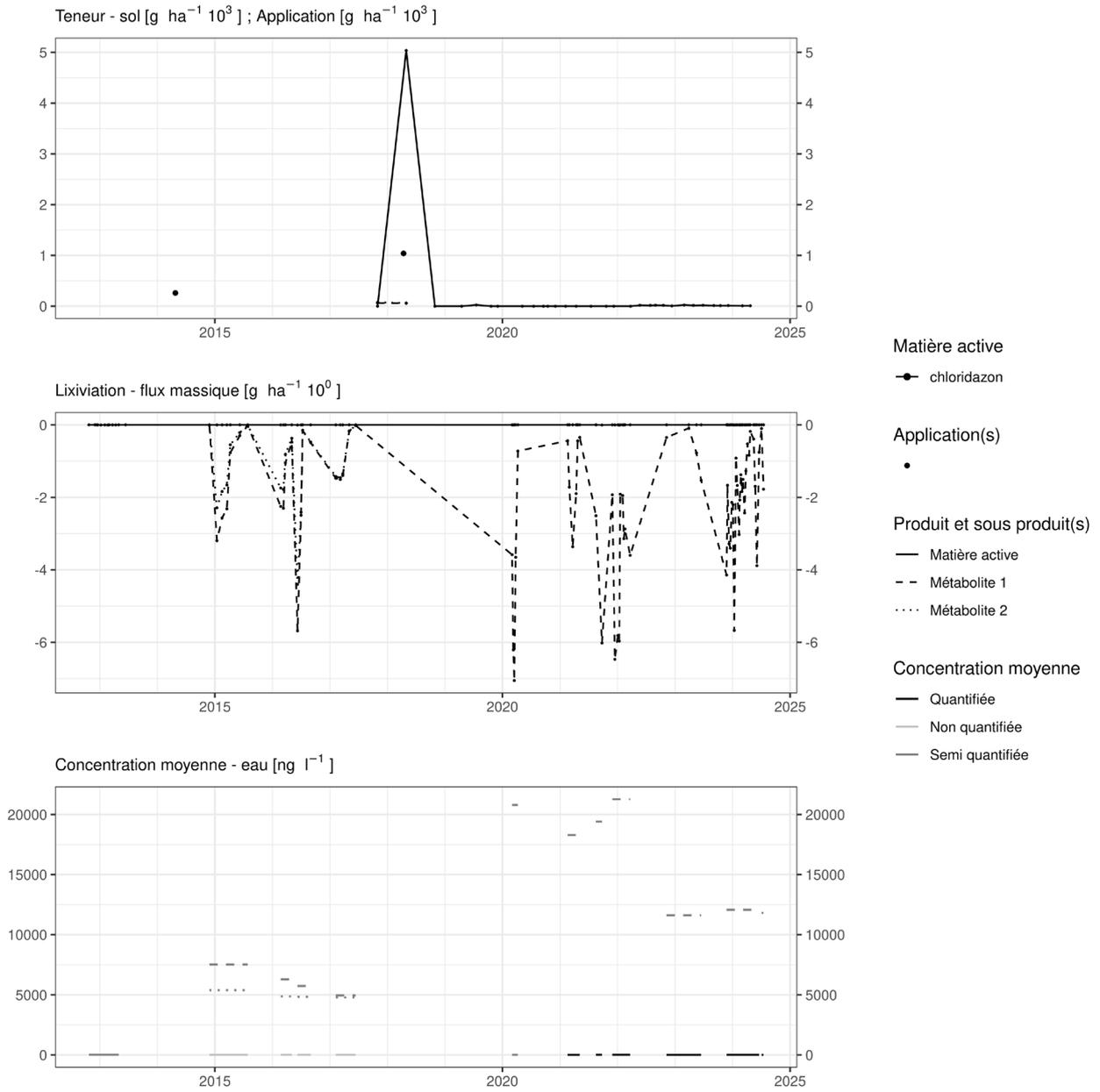
Le méthyl-desphényl-chloridazon n'est pas suivi dans l'eau après 2018.

Les métabolites de cette matière active sont observés (par l'ISSeP entre 2014 et 2018 et par le CRA-W depuis juin 2018) dans les échantillons d'eau collectés aux exutoires des lysimètres :

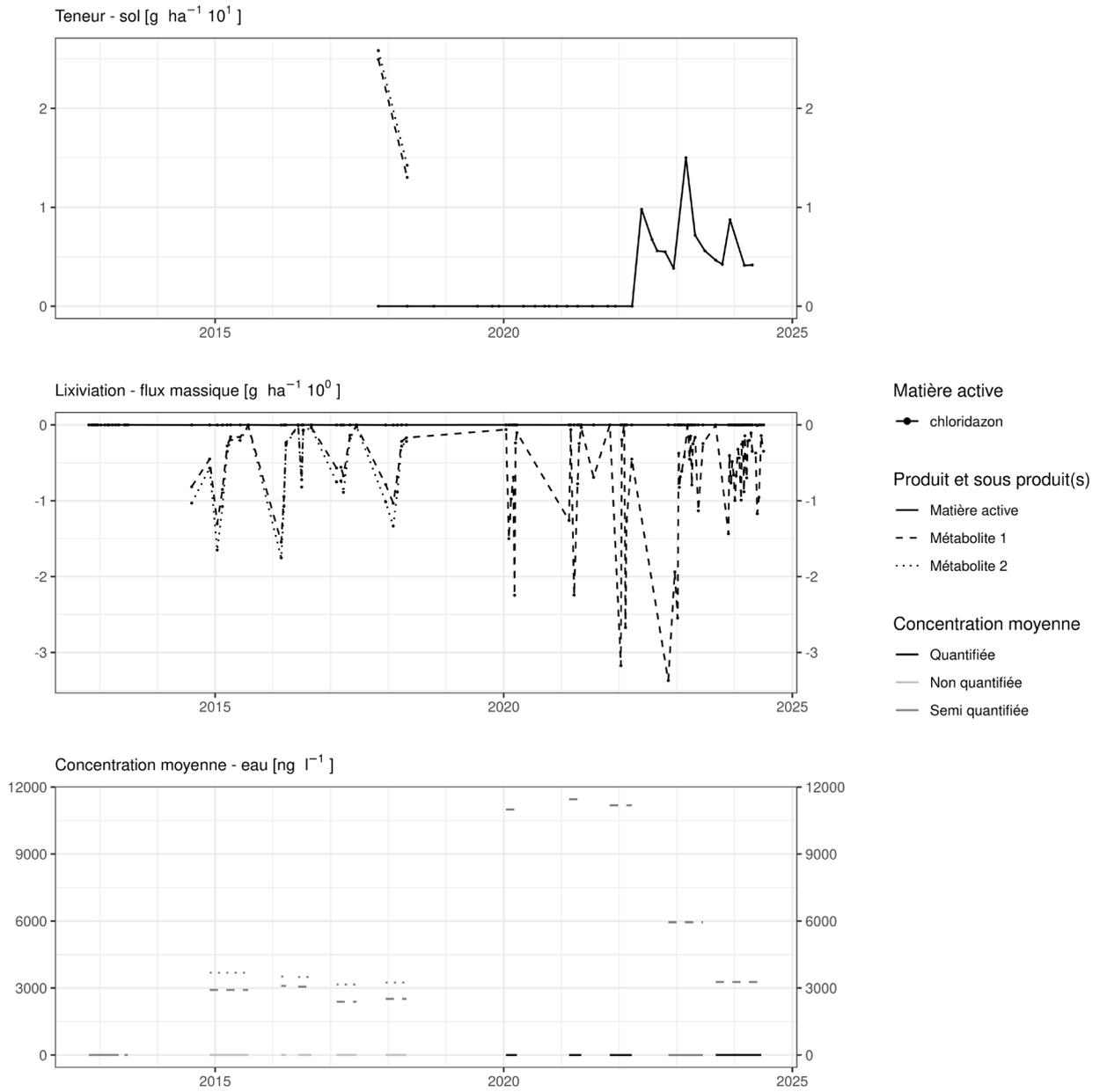
- sur la parcelle Haute Bova sur laquelle deux apports de cette matière active ont été 'récemment' réalisés (2014 et 2018), succédant très vraisemblablement à des apports de même fréquence, les flux de desphényl-chloridazon au cours de neuf périodes de lixiviation (2014 à 2024) sont de l'ordre de la cinquantaine de grammes par hectare. Les flux de méthyl-desphényl chloridazon observés au cours de trois périodes de lixiviation (2014 à 2017) sont de l'ordre de la vingtaine de grammes par hectare.

La concentration moyenne au cours d'une période de lixiviation en desphényl chloridazon est passée de  $6000 \text{ng.L}^{-1}$  (entre 2014 et 2017) à  $20.000 \text{ng.L}^{-1}$  (entre 2020 et 2022) suite à l'apport réalisé en 2018. Au cours de la période de drainage 2022-2024, la concentration de ce métabolite est de  $12.000 \text{ng.L}^{-1}$ .

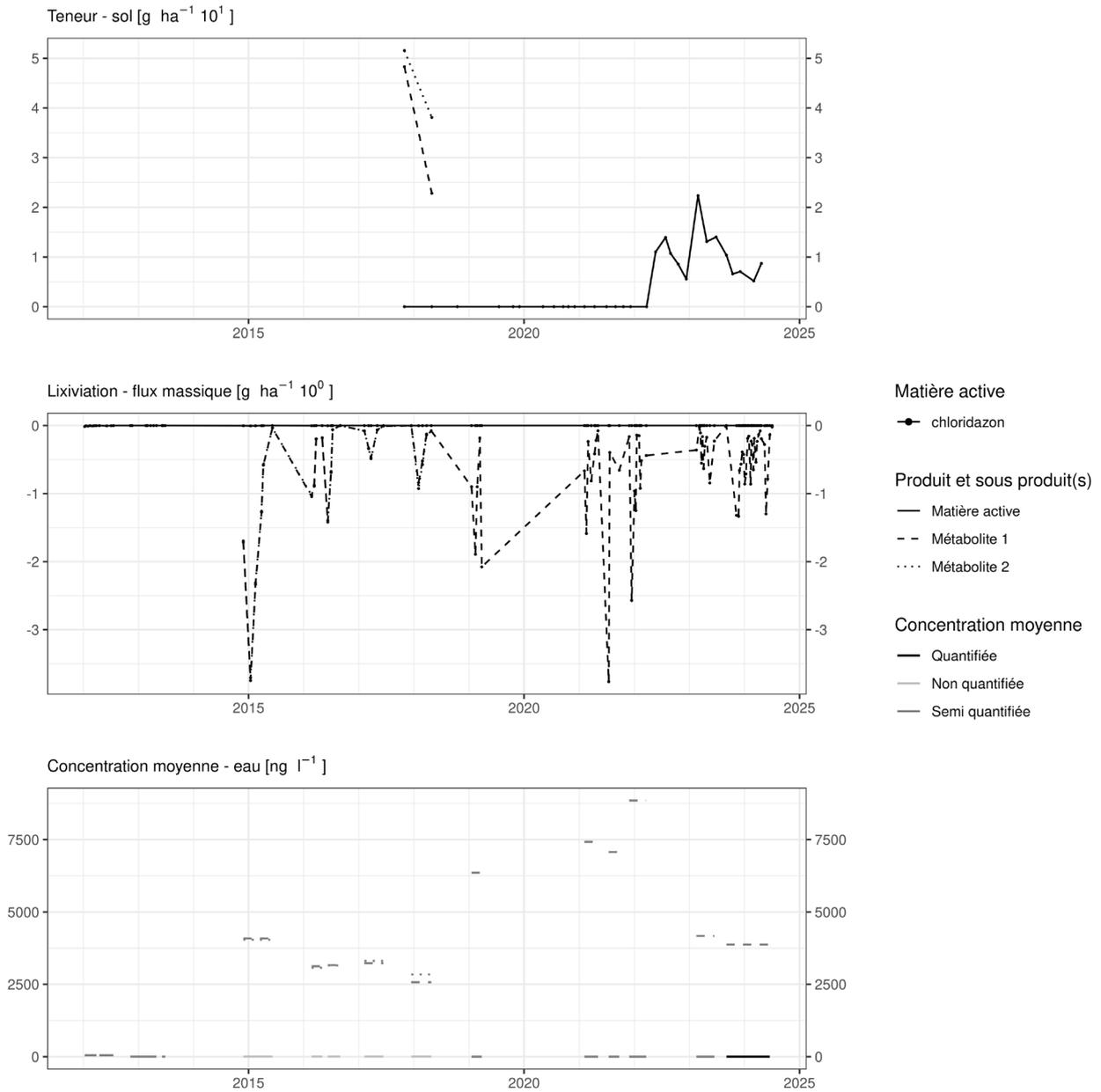
- sur la parcelle Chemin de fer sur laquelle aucun apport de cette matière active n'a été réalisé depuis au moins 2010, les flux de desphenyl-chloridazon au cours de neuf périodes de lixiviation (2014 à 2024) sont de l'ordre de la dizaine de grammes par hectare. Ces flux engendrent une concentration moyenne de l'ordre de  $7.500 \text{ ng.L}^{-1}$  (avec des valeurs plus élevées depuis fin 2019).  
Les flux de methyl-desphenyl chloridazon observés au cours de quatre périodes de lixiviation (2014 à 2018) sont de l'ordre de la dizaine de grammes par hectare ;
- sur la parcelle Bovenistier sur laquelle aucun apport de cette matière active n'a été réalisé depuis au moins 2010, les flux de desphenyl-chloridazon au cours de neuf périodes de lixiviation (2014 à 2024) sont de l'ordre de la trentaine de grammes par hectare. Ces flux engendrent une concentration moyenne de l'ordre de  $7.500 \text{ ng.L}^{-1}$  (avec des valeurs plus élevées depuis fin 2019).  
Les flux de methyl-desphenyl chloridazon observés au cours de quatre périodes de lixiviation (2014 à 2018) sont de l'ordre de la quinzaine de grammes par hectare ;
- sur la parcelle Sole 4 sur laquelle aucun apport de cette matière active n'a été réalisé depuis au moins 2010, les flux de desphenyl-chloridazon au cours de neuf périodes de lixiviation (2014 à 2024) sont de l'ordre de  $80 \text{ g.ha}^{-1}$ . Ces flux engendrent une concentration moyenne de l'ordre de  $10.000 \text{ ng.L}^{-1}$  (avec des valeurs plus élevées depuis fin 2019).  
Les flux de methyl-desphenyl chloridazon observés au cours de quatre périodes de lixiviation (2014 à 2018) sont de l'ordre de la quinzaine de grammes par hectare ;
- sur les parcelles Sol-Résidus sur lesquelles aucun apport de cette matière active n'a été réalisé depuis au moins 2010, les flux de desphenyl-chloridazon au cours des périodes de lixiviation (2020-2024) sont de la trentaine de grammes par hectare.  
Grosso modo, les flux de desphenyl-chloridazon sont donc de l'ordre de la dizaine de grammes par hectare et par an (ce qui correspond à une concentration moyenne de l'ordre de  $3.000 \text{ ng.L}^{-1}$ ) et les flux de methyl-desphenyl-chloridazon sont de l'ordre de quelques grammes par hectare et par an.



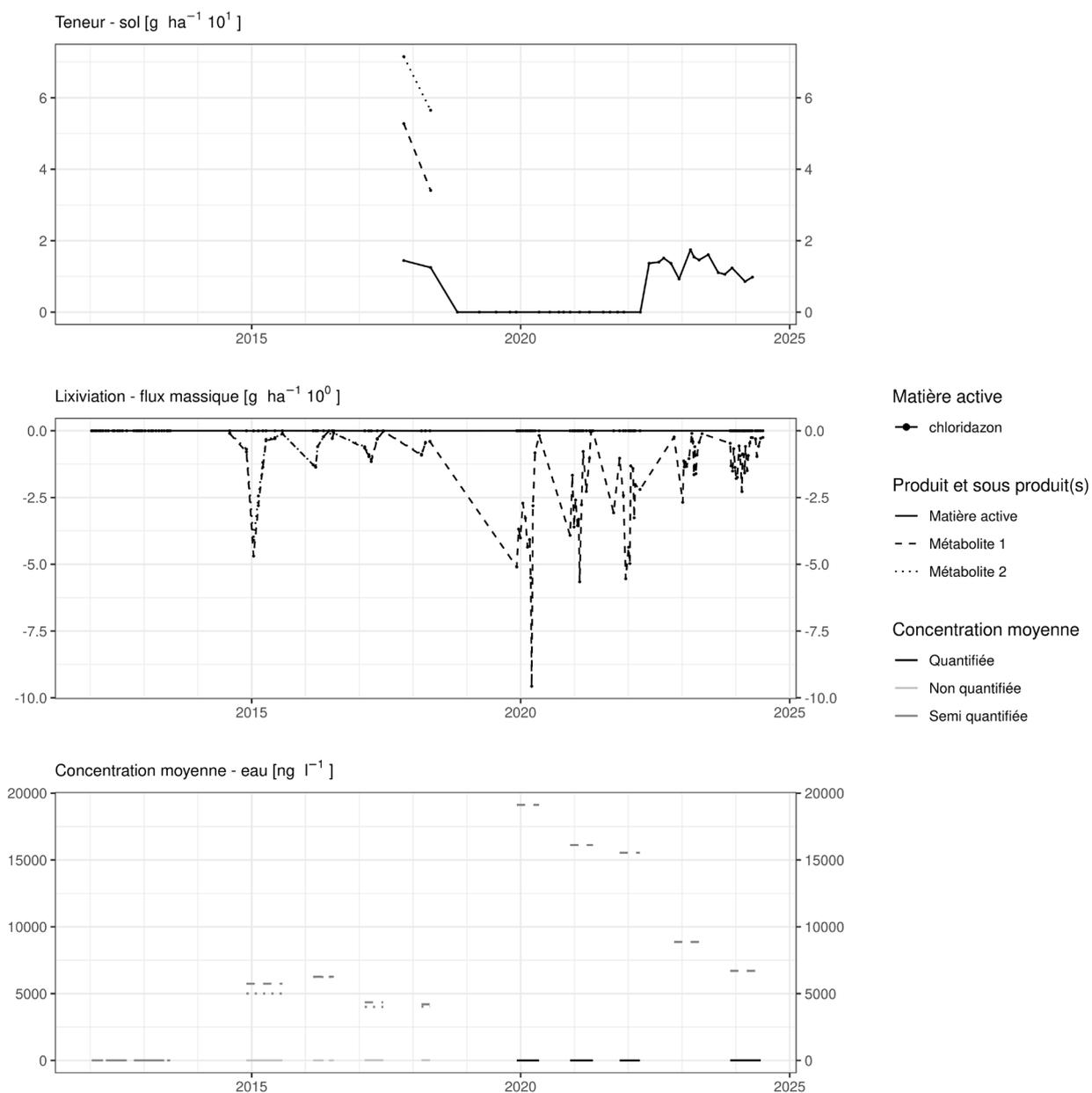
**Figure 53. Applications et suivi de la teneur en chloridazon, en desphenyl-chloridazon (métabolite 1) et en methyl-desphenyl-chloridazon (métabolite 2) dans la parcelle Haute Bova.**



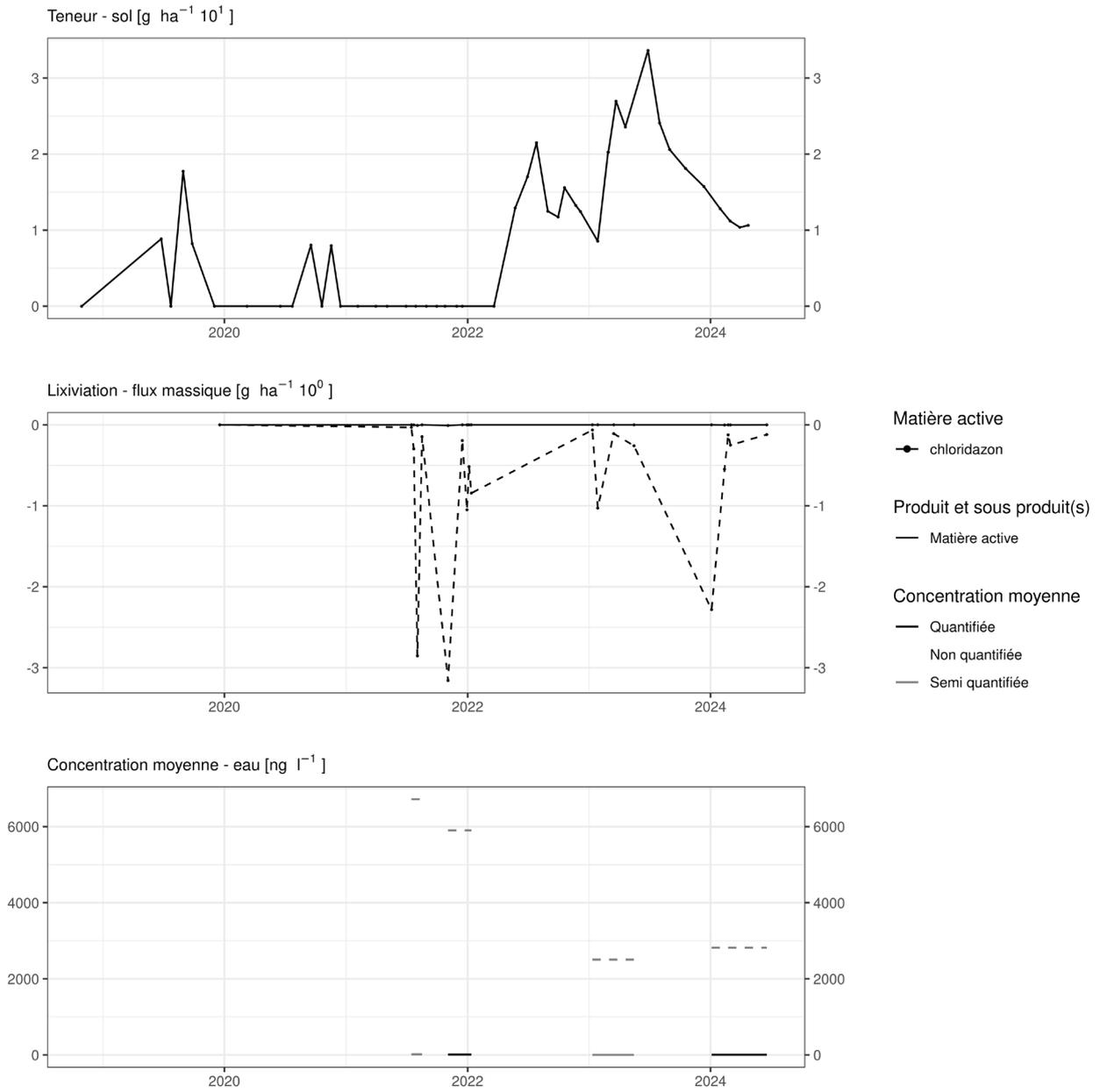
**Figure 54. Applications et suivi de la teneur en chloridazon, en desphenyl-chloridazon (métabolite 1) et en méthyl-desphenyl-chloridazon (métabolite 2) dans la parcelle Chemin de fer.**



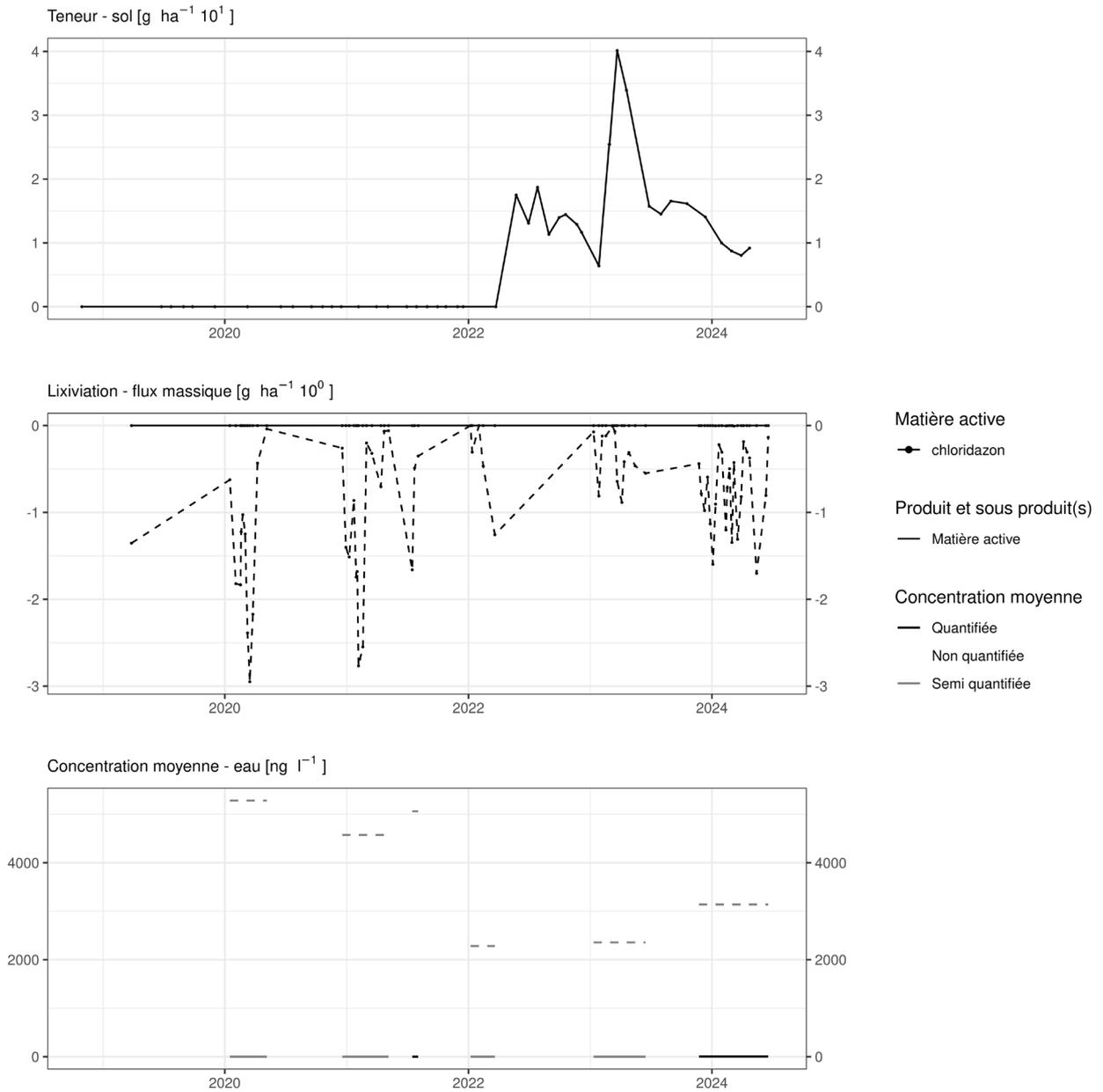
**Figure 55. Applications et suivi de la teneur en chloridazon, en desphenyl-chloridazon (métabolite 1) et en methyl-desphenyl-chloridazon (métabolite 2) dans la parcelle Bovenistier.**



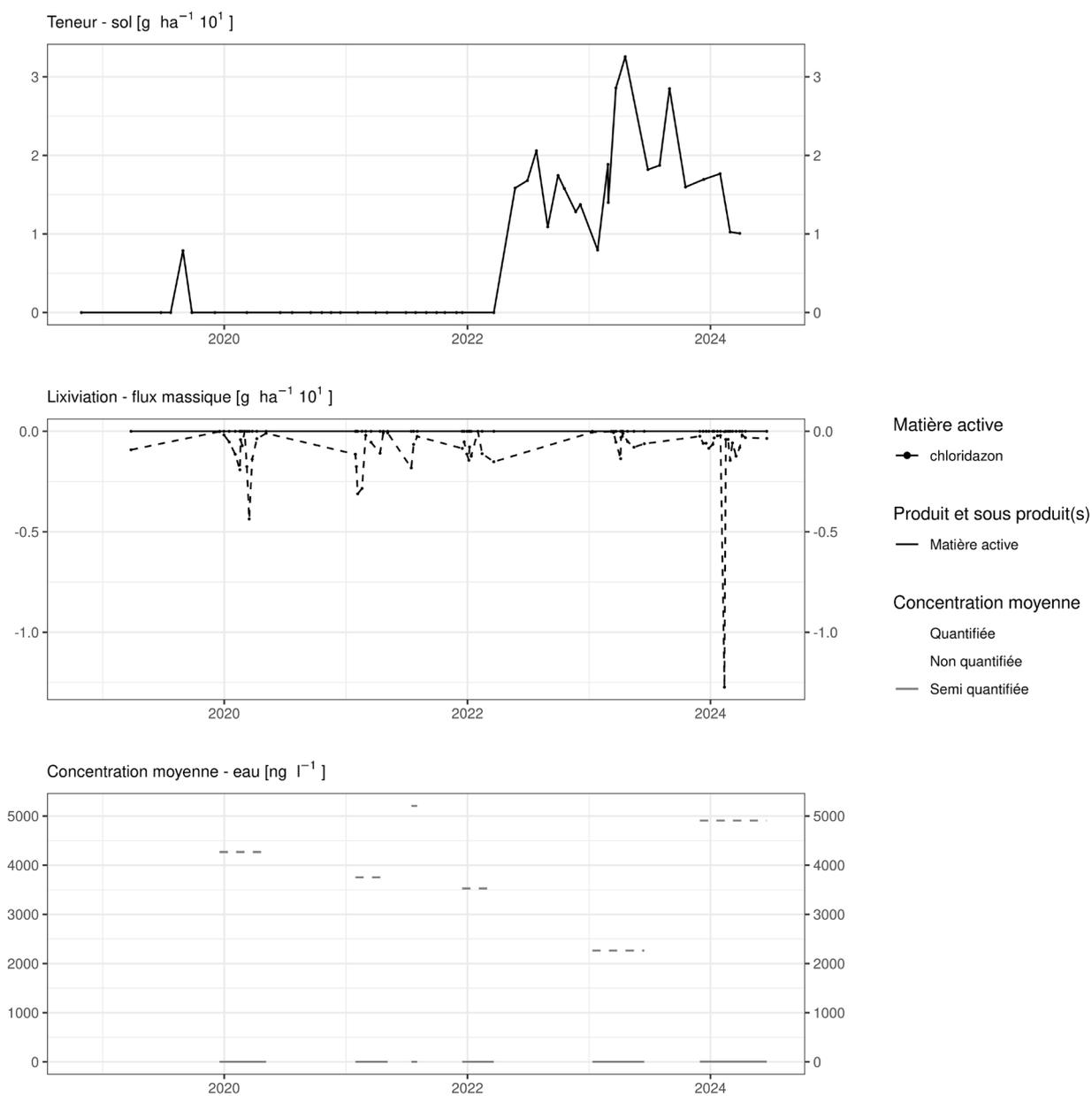
**Figure 56. Applications et suivi de la teneur en chloridazon, en desphenyl-chloridazon (métabolite 1) et en methyl-desphenyl-chloridazon (métabolite 2) dans la parcelle Sole 4.**



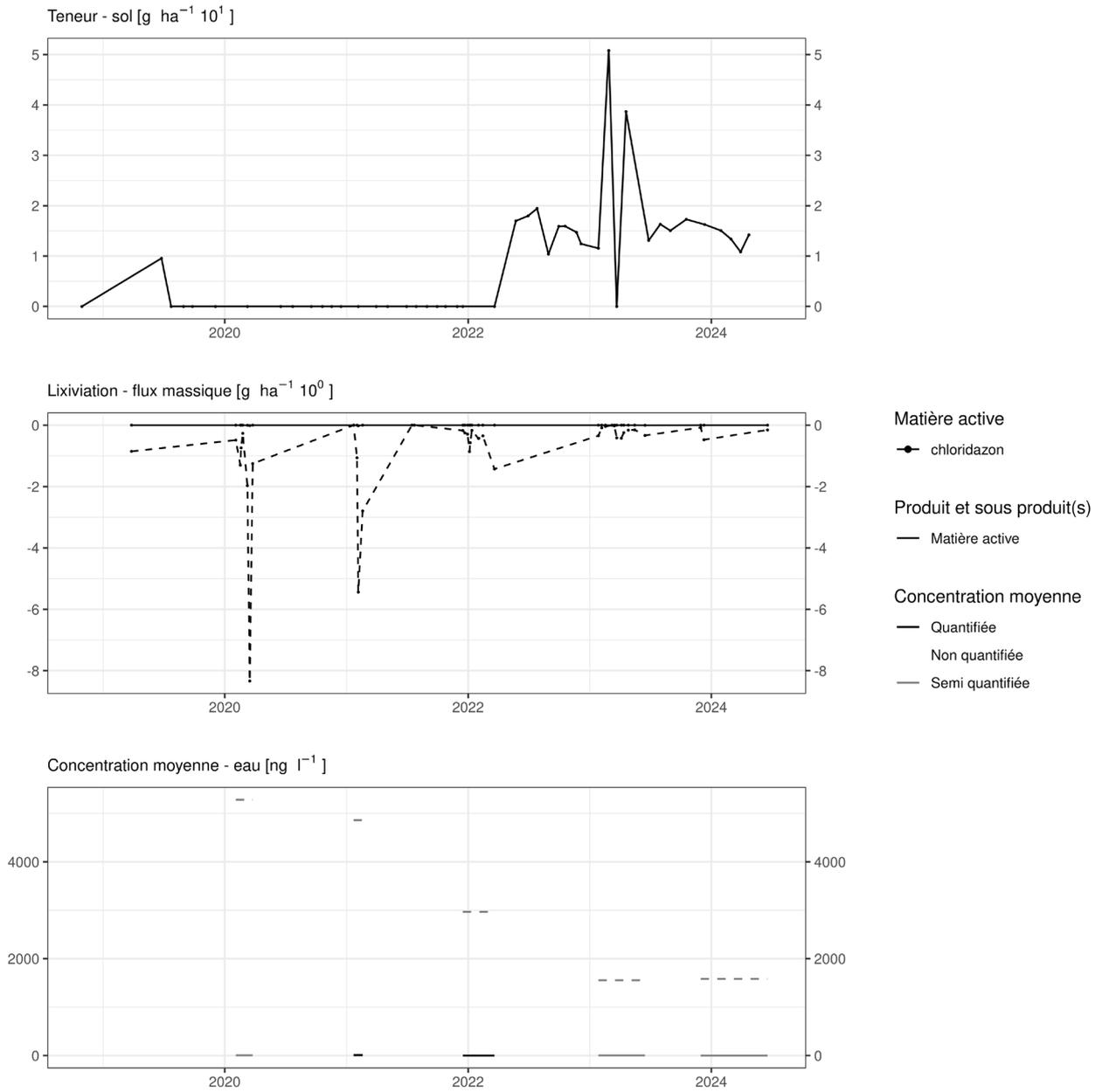
**Figure 57. Applications et suivi de la teneur en chloridazon et en desphenyl-chloridazon (trait hachuré) dans la parcelle SR4.**



**Figure 58. Applications et suivi de la teneur en chloridazon et en desphenyl-chloridazon (trait hachuré) dans la parcelle SR8.**



**Figure 59. Applications et suivi de la teneur en chloridazon et en desphenyl-chloridazon (trait hachuré) dans la parcelle SR12.**

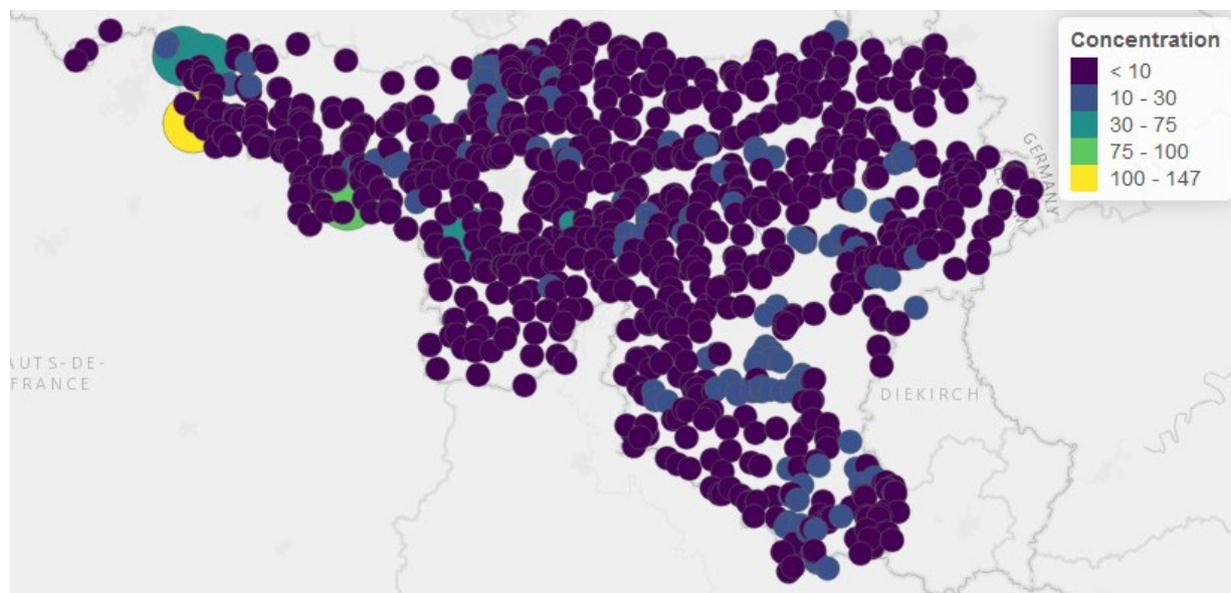


**Figure 60. Applications et suivi de la teneur en chloridazon et en desphenyl-chloridazon (trait hachuré) dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active ainsi que son métabolite sont suivis dans les eaux souterraines.

La substance active est généralement présente en faible quantité (figure 61). Seul un point d'observation présente une concentration moyenne supérieure à 100 ng.L<sup>-1</sup>. Dans la grande majorité des situations (99%), la concentration moyenne est inférieure à 17,5 ng.L<sup>-1</sup>.



N	Q1	median	Q3	P90	P95	P99	max	Ngtsseuil
1039	0.8	2.2	5	12.5	12.5	17.5	147	1

**Figure 61. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en chloridazon observées dans les eaux souterraines.**

Le métabolite (desphényl-chloridazon) est présent en quantité beaucoup plus importante (figure 62).

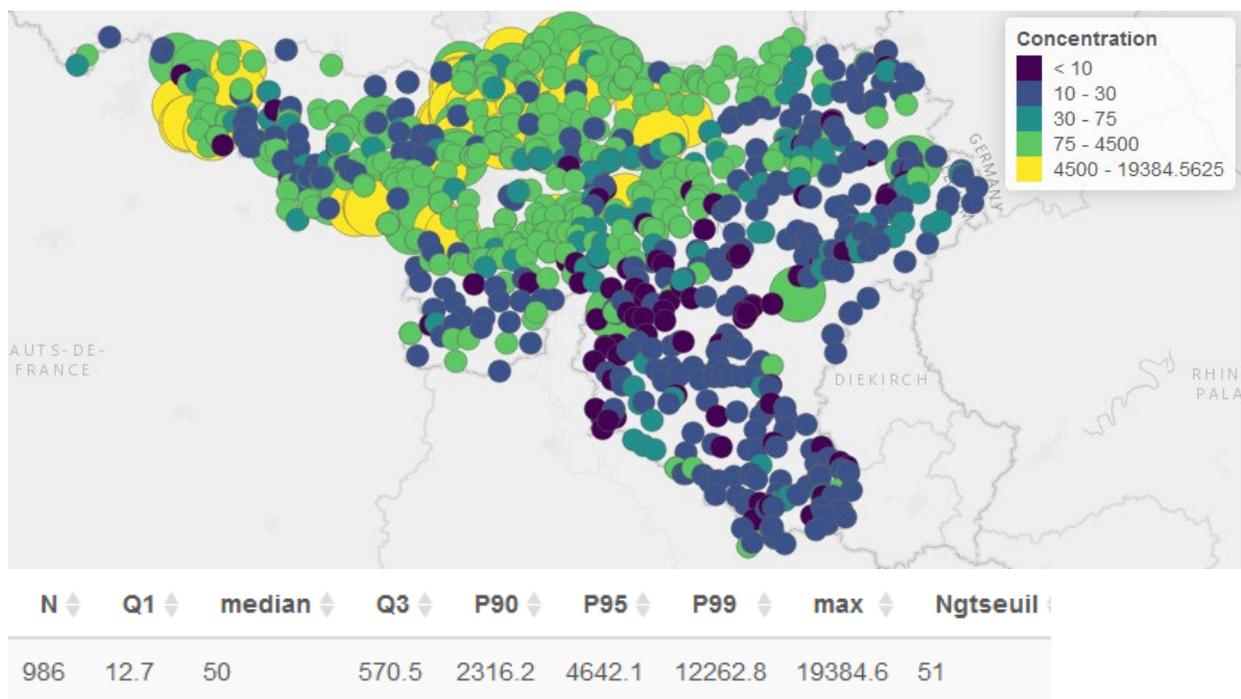


Figure 62. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en desphenylchloridazon observées dans les eaux souterraines.

## 14.11 Chlorotalonil

Le chlorotalonil est un fongicide qui a été utilisé sur culture de froment ou de légumes. L'usage de cette matière active n'est plus autorisé depuis l'été 2020.

### EAU

Le chlorotalonil a été suivi dans l'eau jusqu'en 2018 dans les parcelles Chemin de Fer (figure 63), Haute Bova (figure 64) et Sole 4 (figure 65).

Sur la parcelle Chemin de fer, les flux, de l'ordre de quelques  $\text{g}\cdot\text{ha}^{-1}$  lors de chaque prise d'échantillon, ont engendré une concentration moyenne qui a atteint  $5000 \text{ ng}\cdot\text{L}^{-1}$  au cours de l'hiver 2014-2015. Sur les parcelles Haute Bova et Sole 4, la concentration moyenne lors d'une période de percolation n'a jamais excédé  $50 \text{ ng}\cdot\text{L}^{-1}$  entre 2015 et 2018.

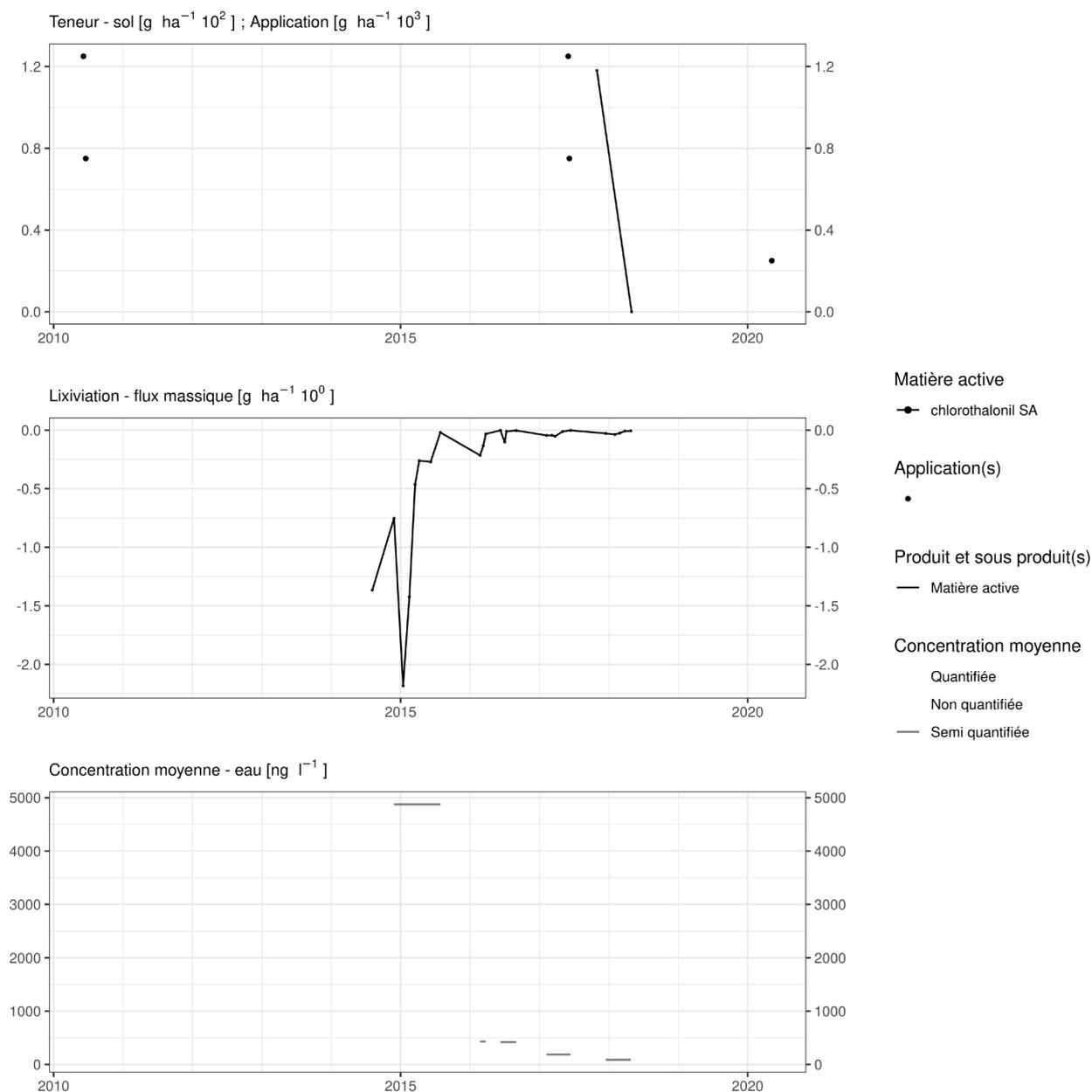
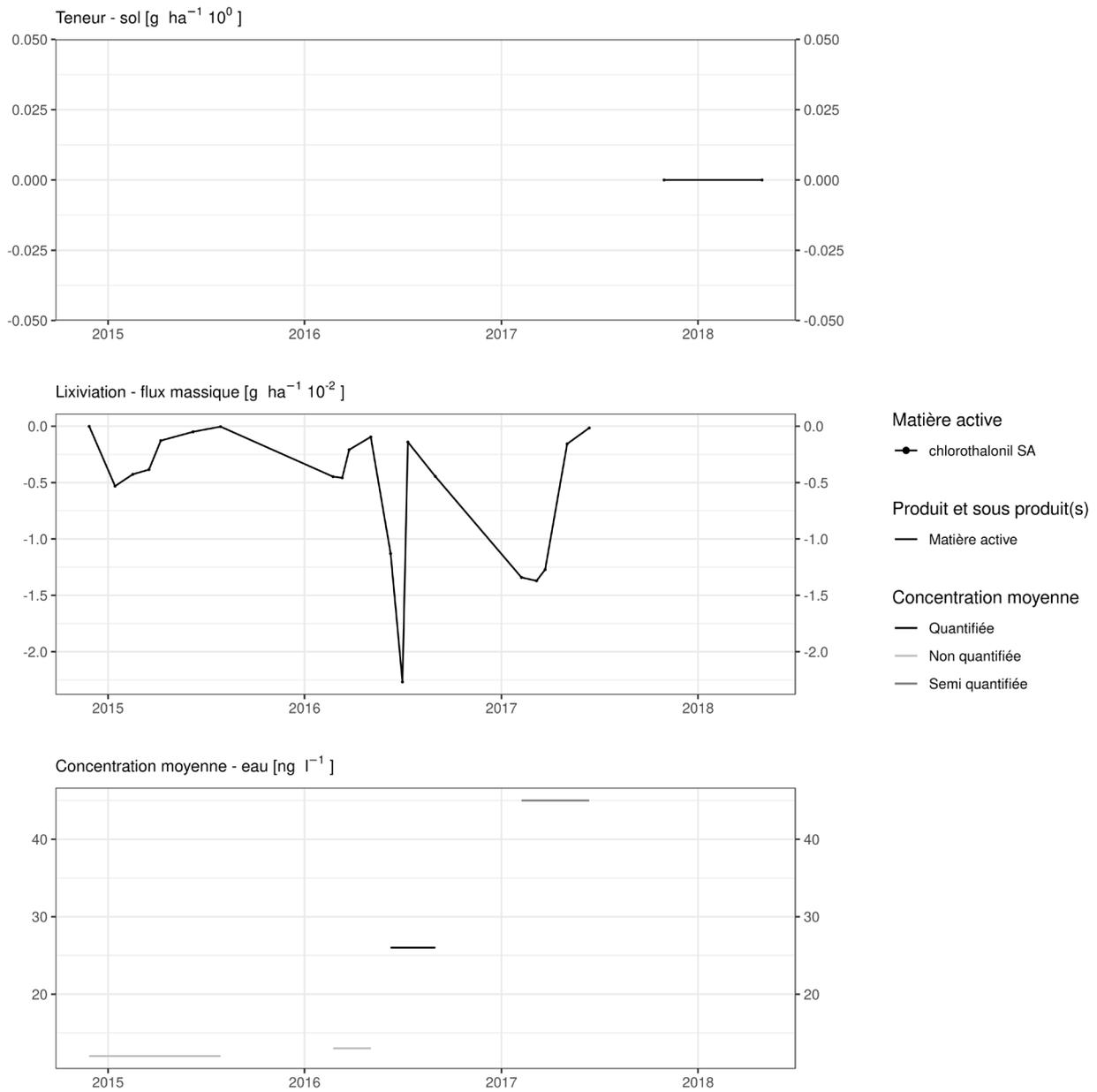


Figure 63. Applications et suivi de la teneur en chlorotalonil dans la parcelle Chemin de fer.



**Figure 64. Applications et suivi de la teneur en chlorotalonil dans la parcelle Haute Bova.**

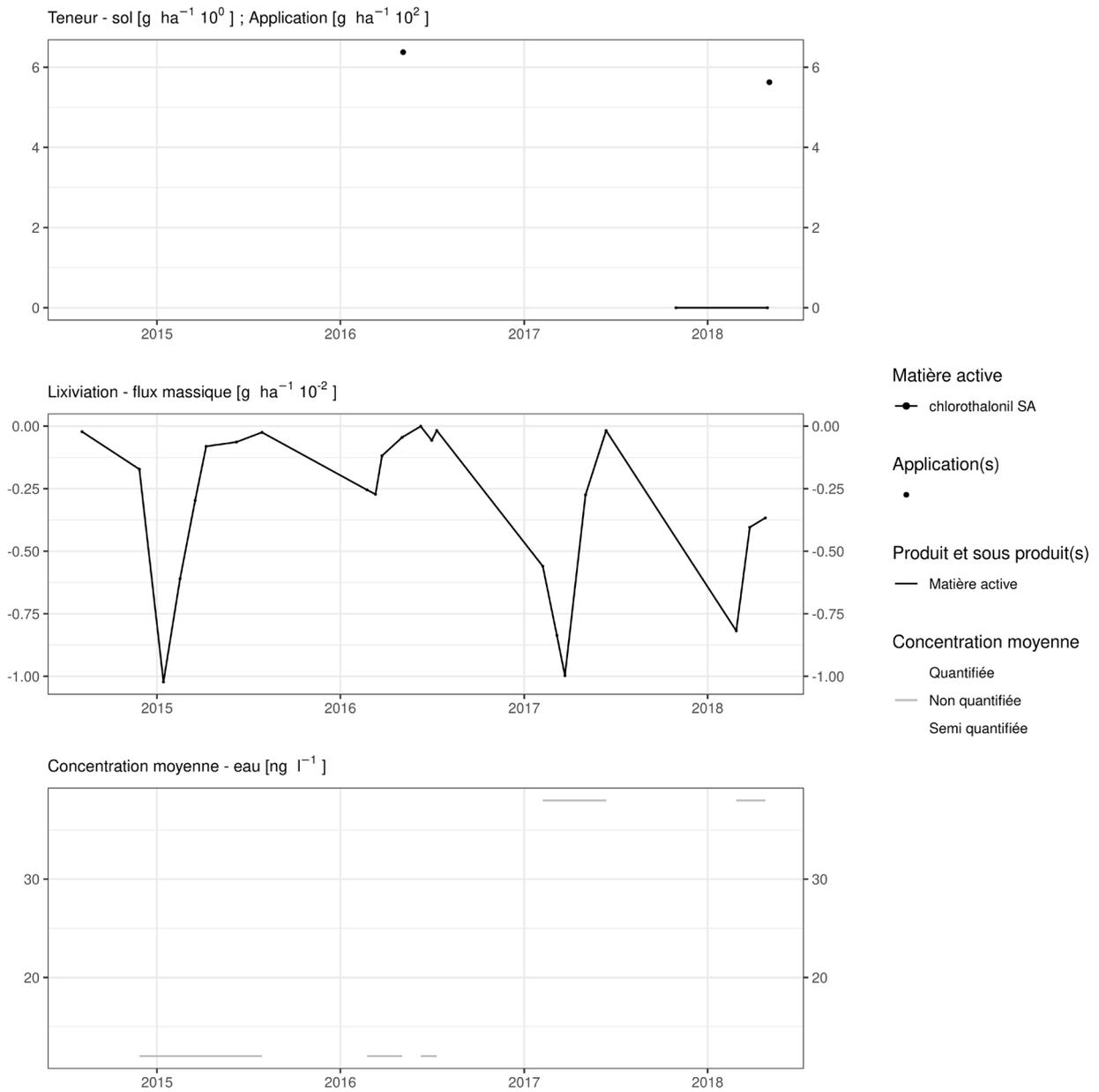


Figure 65. Applications et suivi de la teneur en chlorotalonil dans la parcelle Sole 4.

## 14.12 Clomazone

La clomazone est un herbicide essentiellement utilisé sur culture de betterave, légumineuse, carotte dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### SOL

Dans le sol cette molécule est suivie depuis 2018 avec une LOQ de 1.5  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  puis une LOQ de 0.5  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  à partir de mai 2022. La DT50 de cette molécule est de 27.5 jours dans le sol.

Quelques semaines après un traitement, les observations (figures 66 à 72) sont les suivantes :

- sur la parcelle Chemin de fer, un apport d'un peu plus de 50  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé en mai 2019 conduit en juillet à une concentration dans le sol de près de 38  $\text{g.ha}^{-1}$ , soit une augmentation de 18  $\text{g.ha}^{-1}$  en comparaison au résultat analytique qui précède l'apport. Un apport d'un peu plus de 70  $\text{g.ha}^{-1}$  fin avril 2021 conduit en juillet à une concentration de 21  $\text{g.ha}^{-1}$ , soit une augmentation de 14  $\text{g.ha}^{-1}$  en comparaison au résultat analytique qui précède l'apport. Les deux traitements réalisés en 2023 sont également observés dans les semaines qui suivent ceux-ci ;
- sur la parcelle Bovenistier, un apport d'un peu plus de 70  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé en mai 2020 conduit à une concentration dans le sol de l'ordre de 500  $\text{g.ha}^{-1}$  tout de suite après traitement ; cette valeur n'est pas expliquée. En mai 2021, un apport d'une cinquantaine de grammes par hectare conduit en juillet à une concentration dans le sol d'une vingtaine de grammes par hectare. Les deux traitements réalisés en 2023 sont également observés dans les semaines qui suivent ceux-ci ;
- sur la parcelle Sole 4, un apport d'un peu plus de 60  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé en mai 2020 laisse en juillet dans le sol une concentration de l'ordre de la quinzaine de grammes par hectare. Un constat similaire est fait en 2022. Vu les résultats d'analyse de sol, un traitement (non renseigné) a vraisemblablement été réalisé en 2021 ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, un apport d'environ 25  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé en mai conduit à une concentration dans le sol de l'ordre de quelques grammes par hectare au cours de l'été qui suit.

Quelques mois après un traitement, les observations sont les suivantes :

- sur la parcelle Chemin de fer, l'apport d'un peu plus de 50  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé en mai 2019 laisse, en automne, une concentration dans le sol de l'ordre d'une dizaine de grammes par hectare. Le même ordre de grandeur est observé pour l'apport réalisé au printemps 2021 ;
- sur la parcelle Bovenistier, les apports réalisés en mai 2020 et mai 2021 laissent en automne de la même année une concentration dans le sol de l'ordre la dizaine de grammes par hectare ;
- sur la parcelle Sole 4, les apports réalisés en 2022 laissent une concentration dans le sol au printemps 2023 de l'ordre de 10  $\text{g.ha}^{-1}$ . L'apport d'un peu plus de 60  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé mai 2020 conduit à une concentration de quelques grammes par hectare à l'automne de la même année. Les deux apports totalisant un peu plus de 80  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisés au printemps 2019 ne sont plus décelés à l'automne de la même année ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, le traitement (environ 25  $\text{g.ha}^{-1}$ ) réalisé au printemps 2021 n'est plus décelé dans le sol à partir de l'automne qui suit le traitement.

Dans les deux années qui suivent un apport de cette matière active, l'apport n'est plus décelé dans le sol (parcelles Sol-Résidus) ou à une concentration de l'ordre de quelques  $\text{g.ha}^{-1}$  (Sole 4).

## EAU

Cette matière active est suivie dans l'eau depuis 2018 avec une LOQ de  $0.03 \mu\text{g.L}^{-1}$  puis une LOQ de  $0.05 \mu\text{g.L}^{-1}$  depuis mai 2022. Cette matière active a été mesurée une fois à une concentration supérieure à la LOQ dans le lysimètre SR 16, puis quelques fois à des teneurs inférieures à la LOQ. La concentration moyenne au cours de cette période de lixiviation est estimée à  $6 \text{ ng.L}^{-1}$ .

Pour tous les autres lysimètre cette matière active n'a jamais été détectée.

La clomazone a un indice de lixiviation GUS de 2.72.

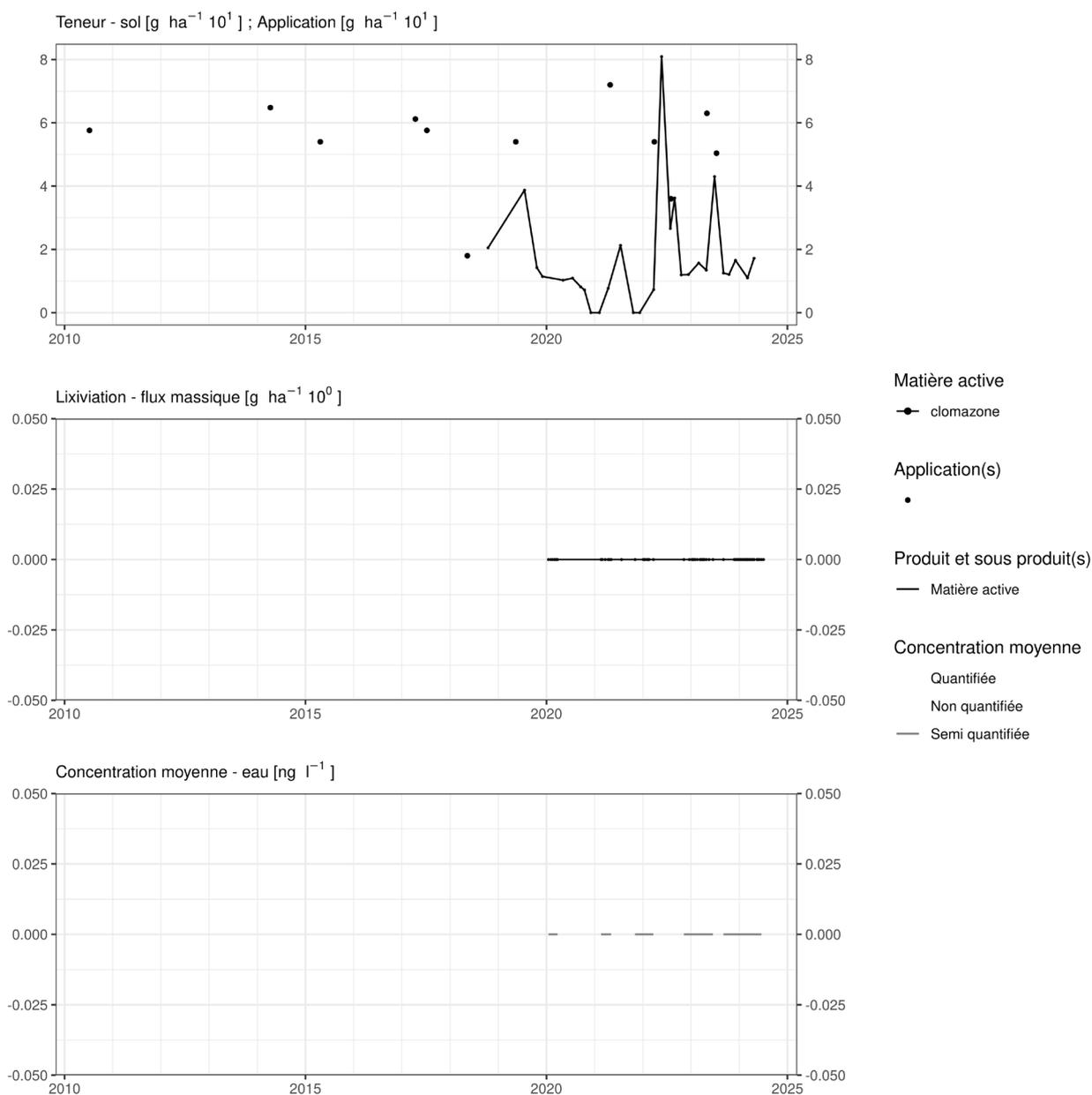
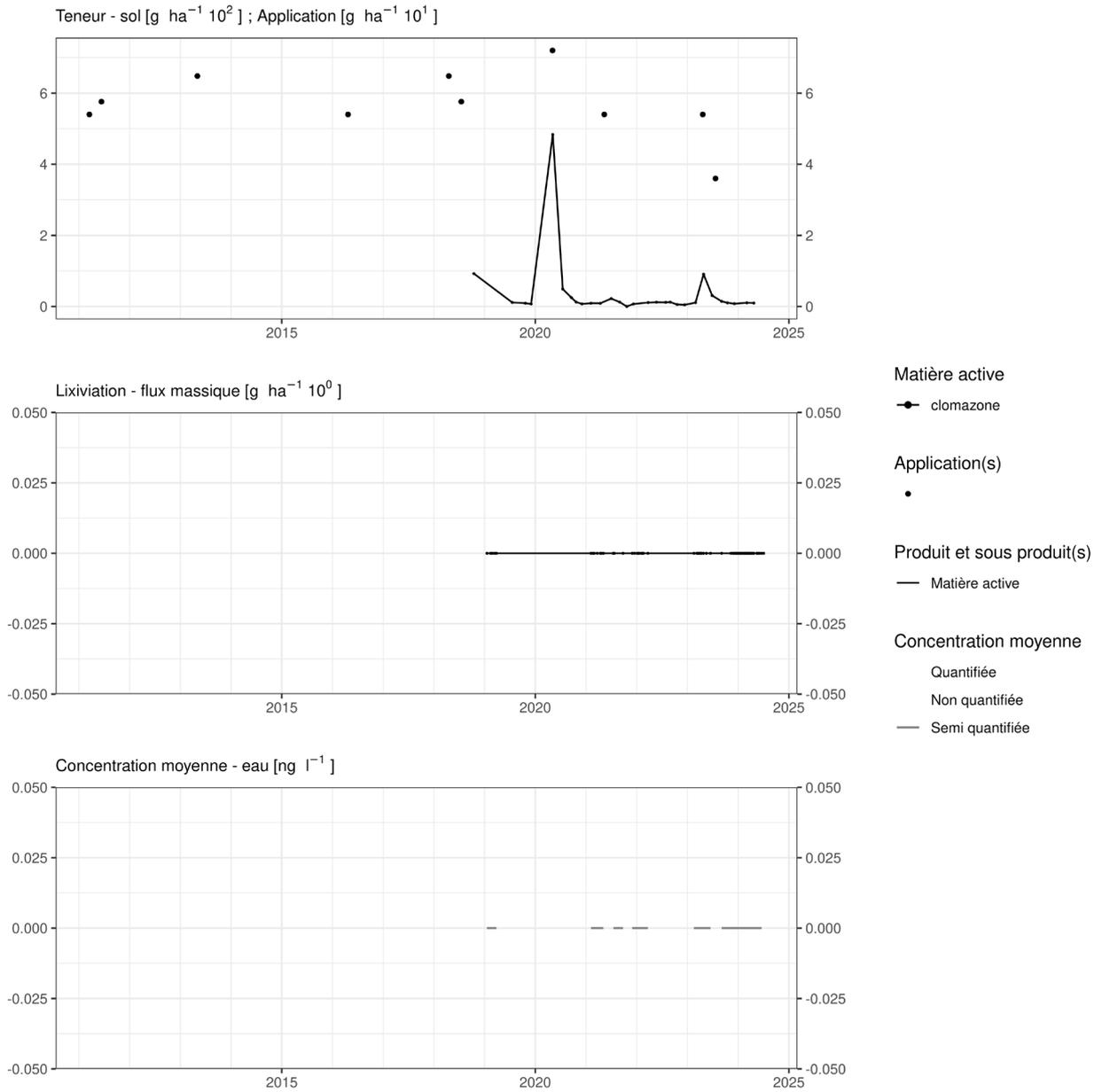


Figure 66. Applications et suivi de la teneur en clomazone dans la parcelle Chemin de fer.



**Figure 67. Applications et suivi de la teneur en clomazone dans la parcelle Bovenistier.**

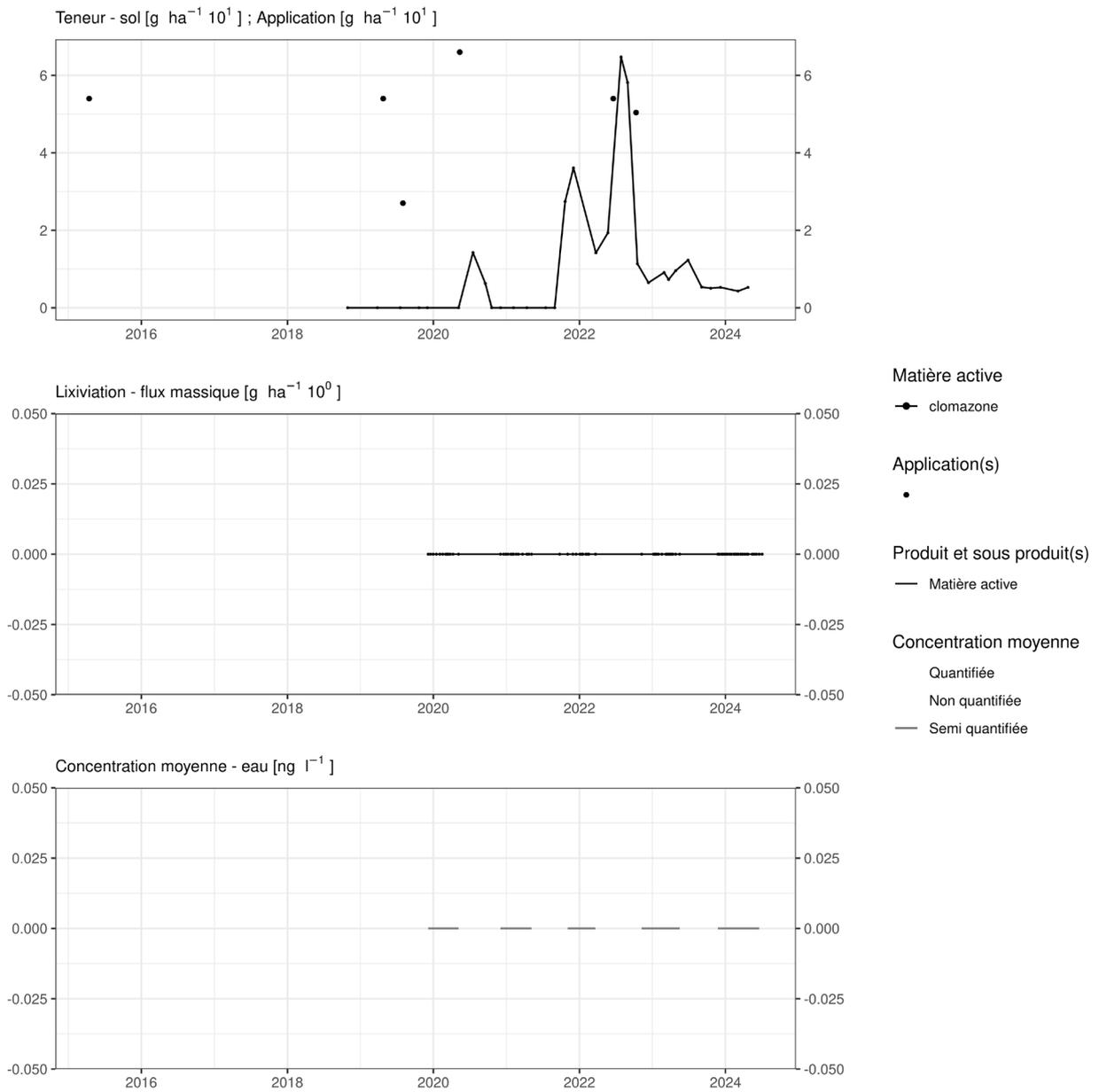
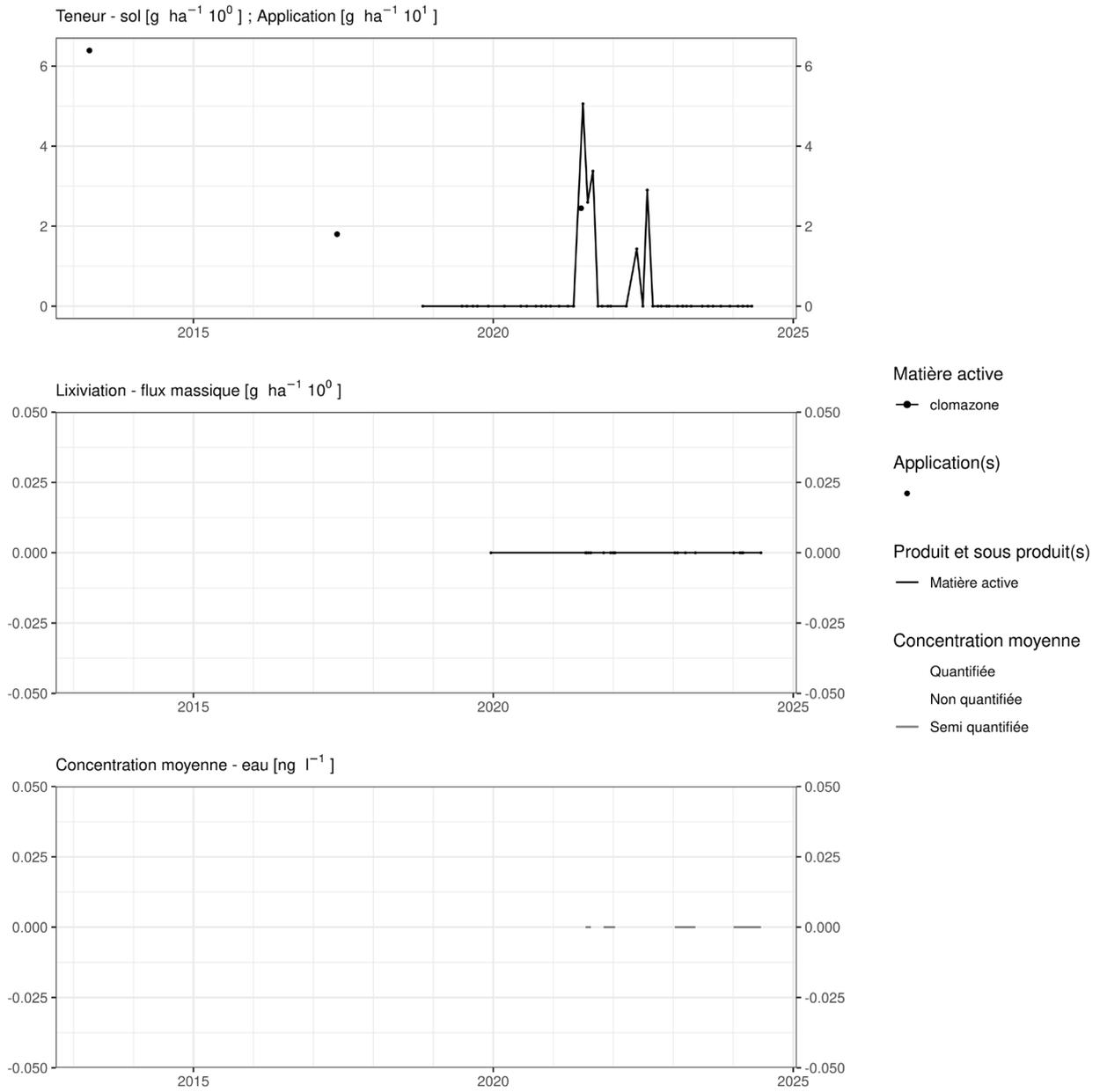
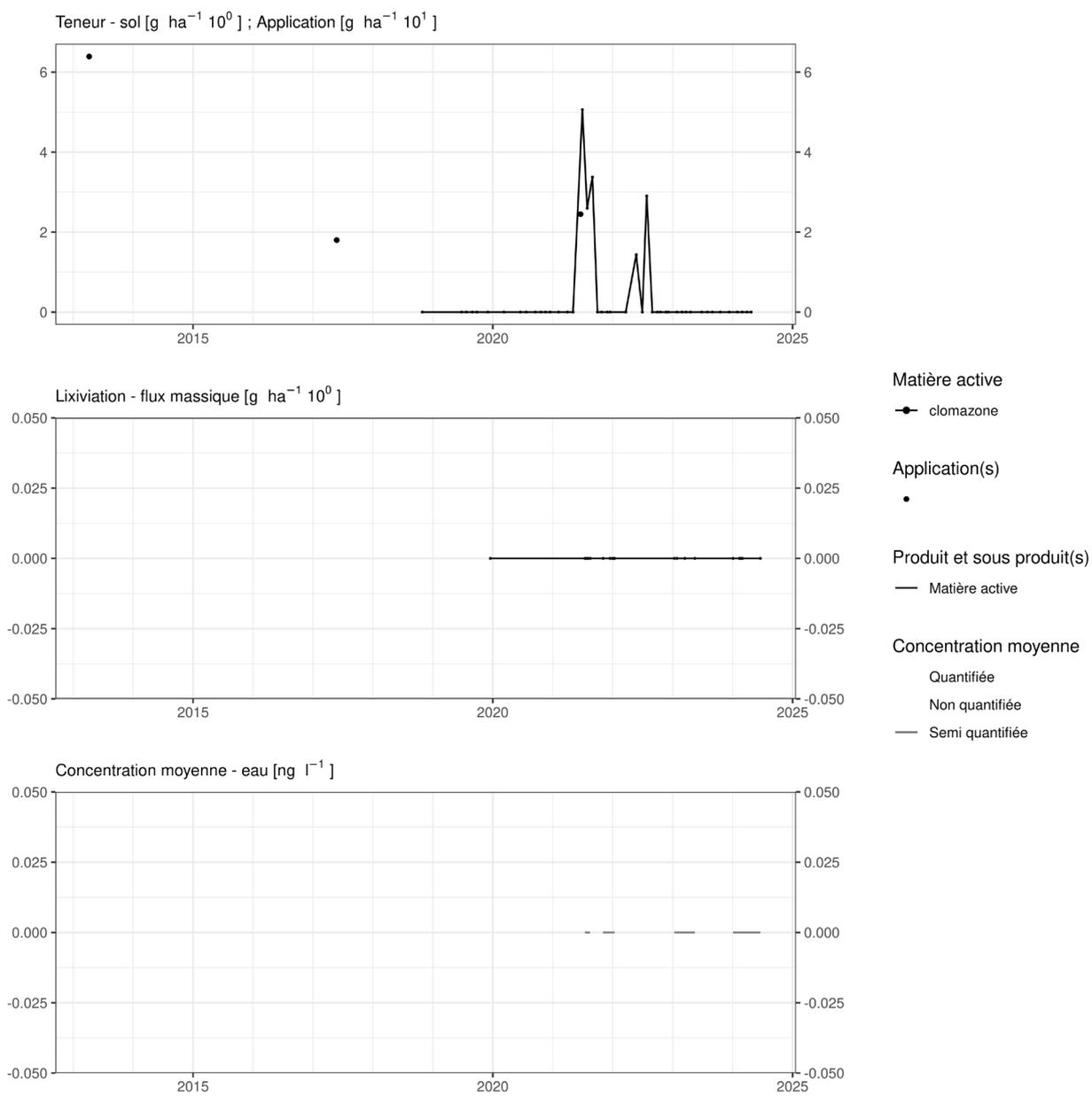


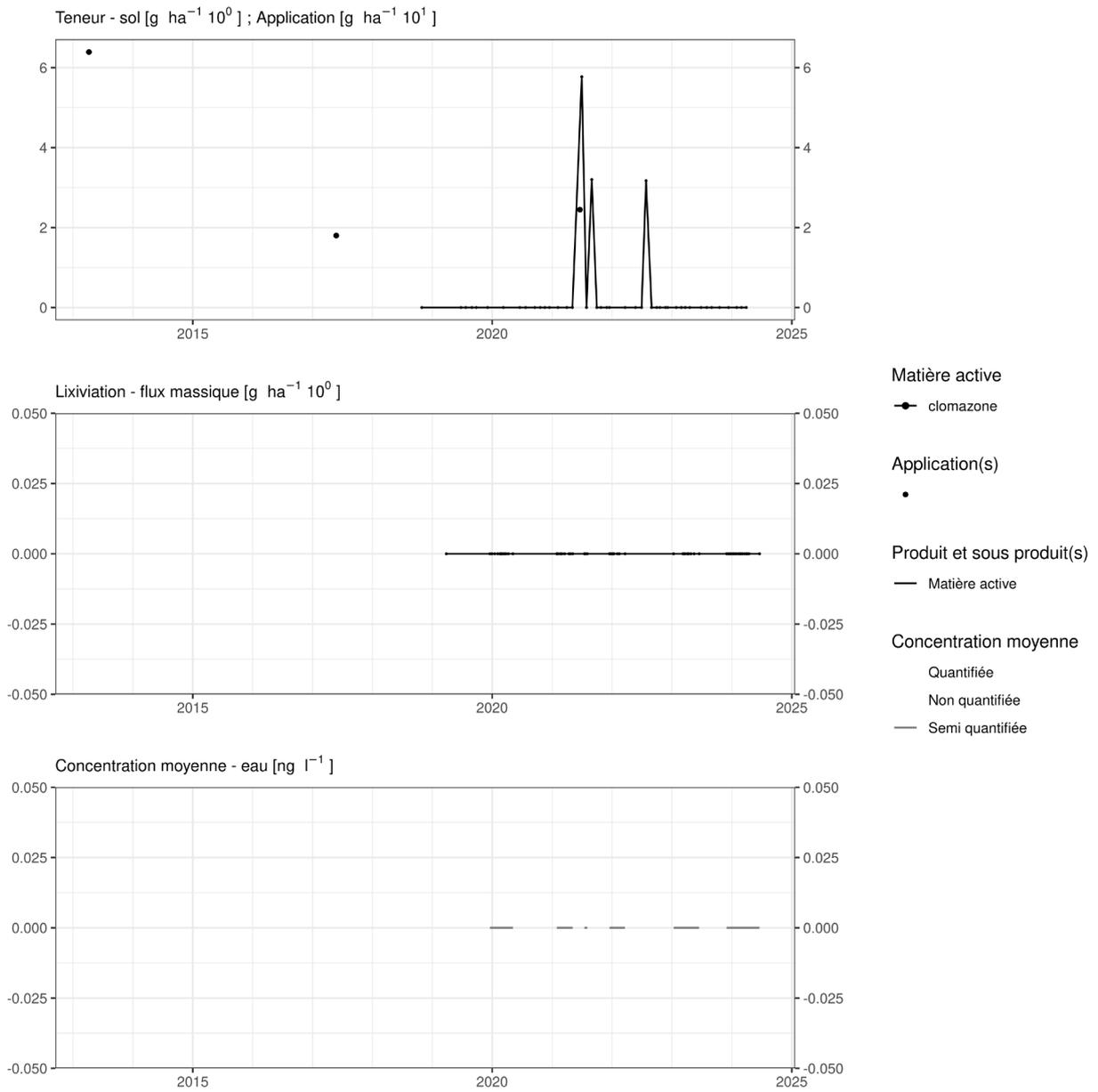
Figure 68. Applications et suivi de la teneur en clomazone dans la parcelle Sole 4.



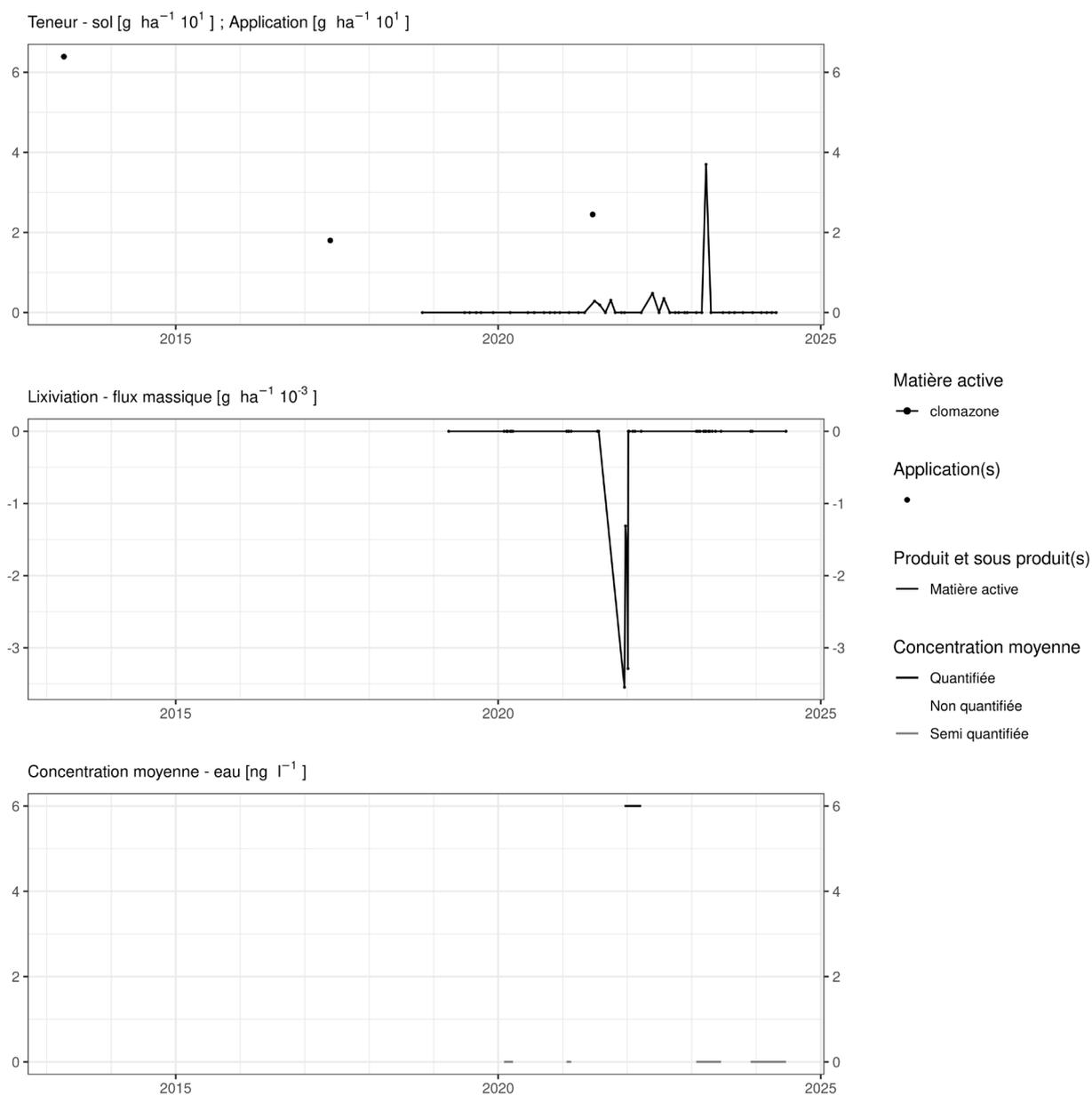
**Figure 69. Applications et suivi de la teneur en clomazone dans la parcelle SR4.**



**Figure 70. Applications et suivi de la teneur en clomazone dans la parcelle SR8.**



**Figure 71. Applications et suivi de la teneur en clomazone dans la parcelle SR12.**



**Figure 72. Applications et suivi de la teneur en clomazone dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.13 Clopyralide

Le clopyralide est un herbicide utilisé en culture de betterave et d'épinard.

Cette matière active n'a pas été recherchée dans les échantillons de sol analysés dans le cadre de la convention Sol-Py-Ly. Elle a été cherchée dans les échantillons d'eau entre 2018 et mai 2022 mais la LOQ de la méthode analytique est de  $0.6 \mu\text{g.L}^{-1}$  pour cette molécule, ce qui est élevé. L'indice de lixiviation de cette molécule est de 3.02.

Antérieurement, des analyses réalisées dans le laboratoire de la SWDE ont indiqué des flux de quelques millièmes de  $\text{g.ha}^{-1}$  qui ont généré une concentration moyenne de quelques  $\text{ng.L}^{-1}$  (figure 75) à une vingtaine de  $\text{ng.L}^{-1}$  (figure 73). La parcelle Chemin de fer présente néanmoins une concentration importante ( $150 \text{ng.L}^{-1}$ ) lors de la période de percolation de l'hiver 2020-2021 (figure 74).

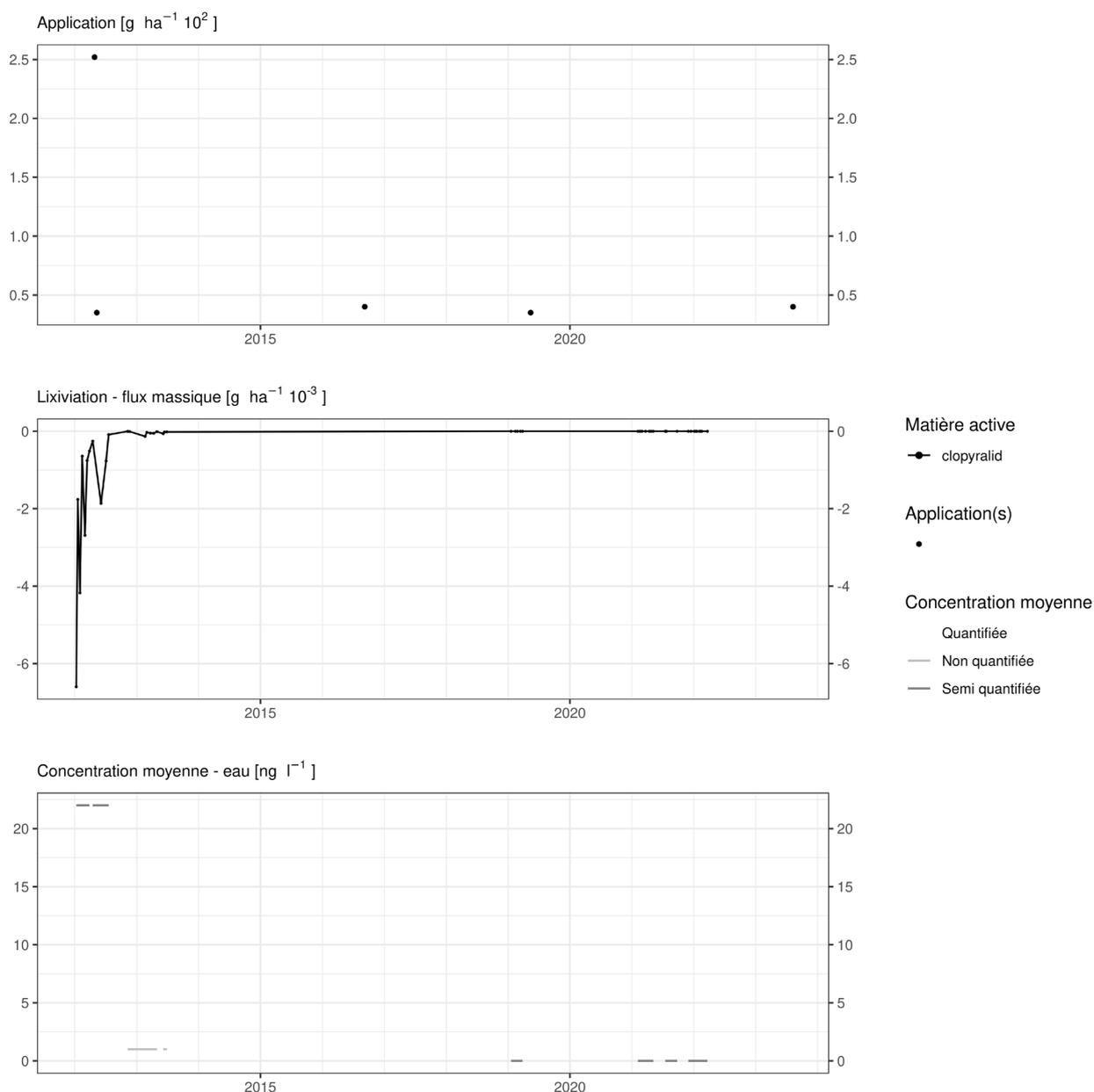
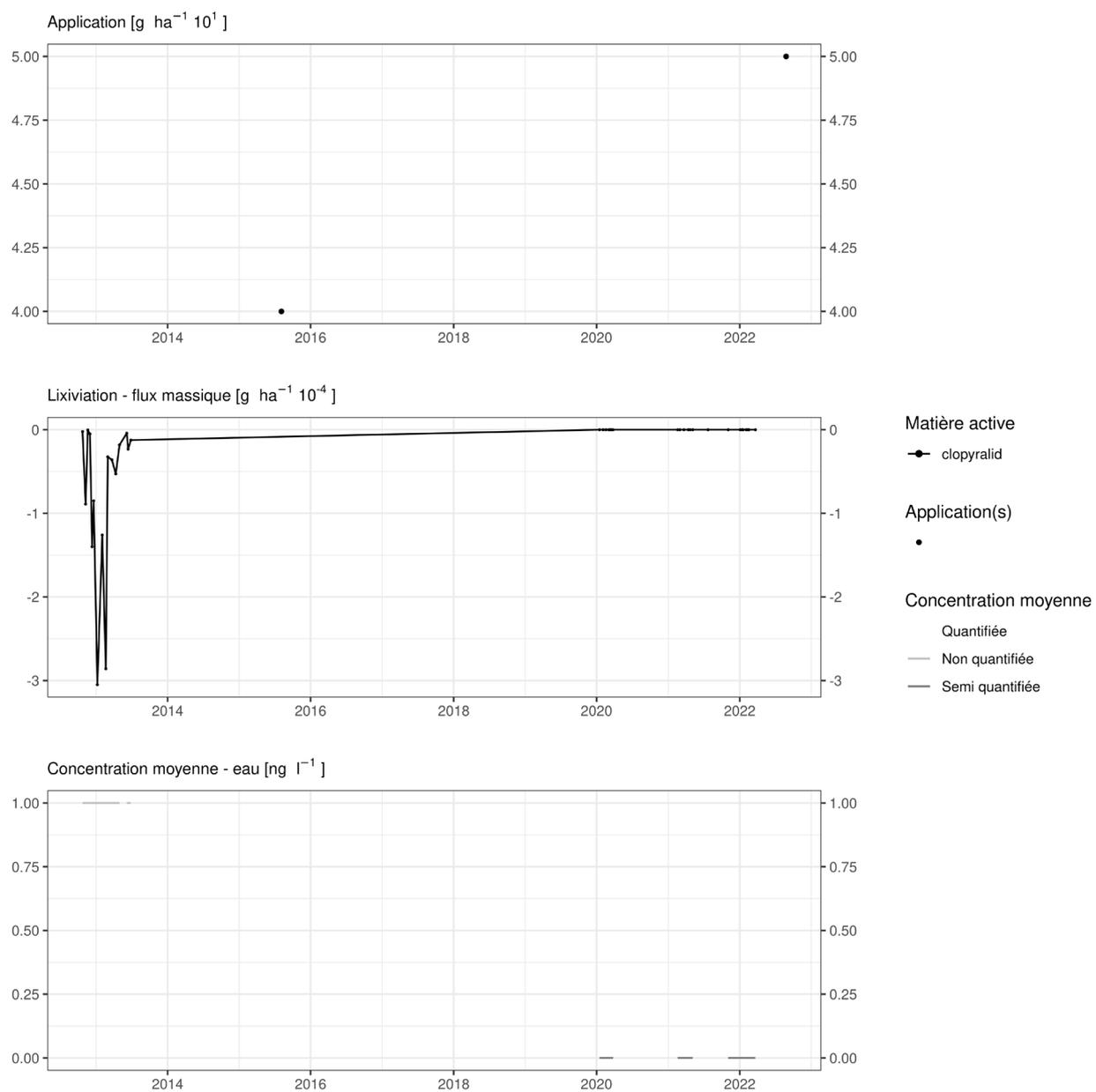
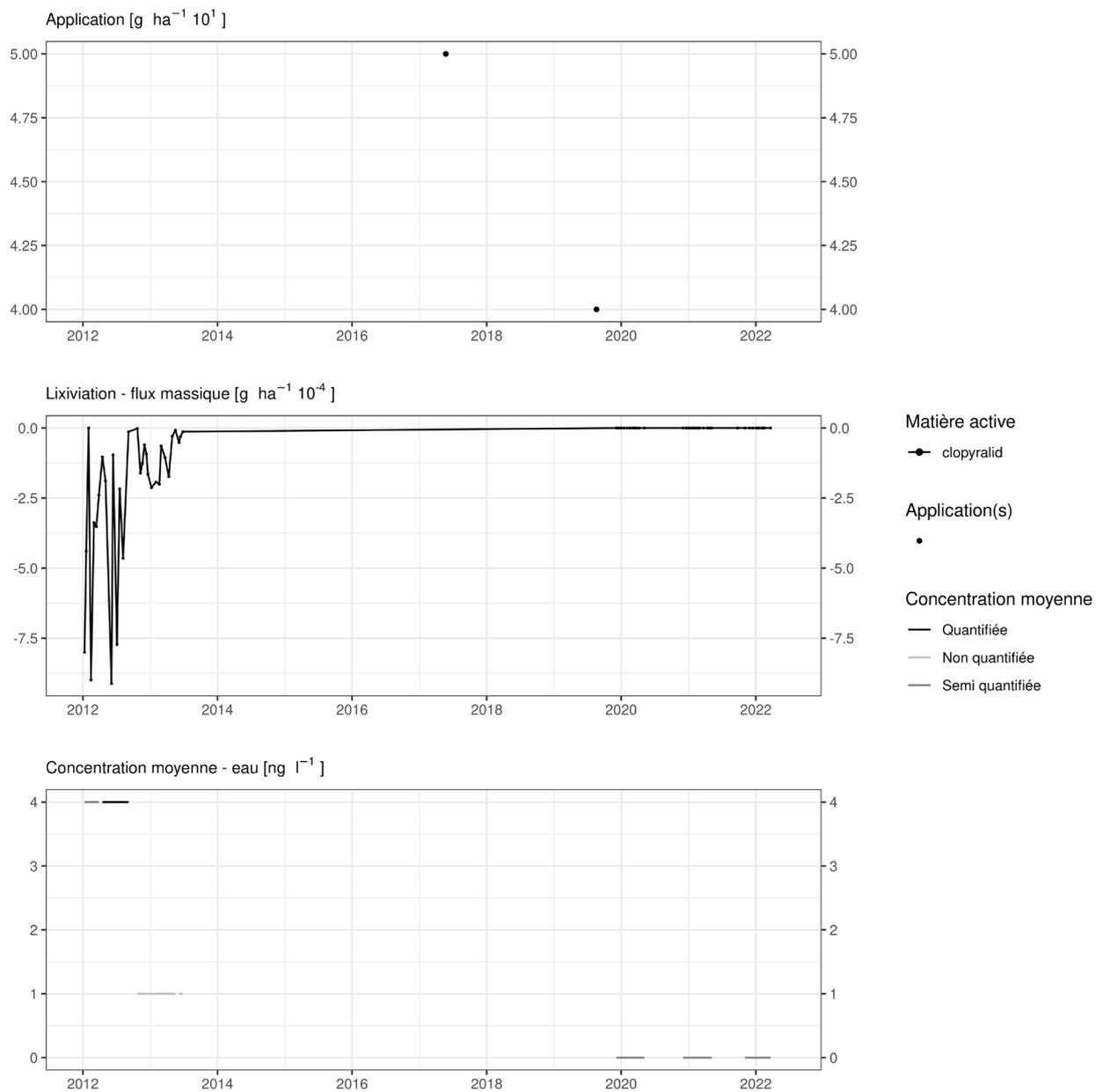


Figure 73. Applications et suivi de la teneur en clopyralide dans la parcelle Bovenistier.



**Figure 74. Applications et suivi de la teneur en clopyralide dans la parcelle Chemin de fer.**



**Figure 75. Applications et suivi de la teneur en clopyralide dans la parcelle Sole 4.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines. Elle n'est généralement pas détectée à des concentrations moyennes supérieures à 10 ng.L<sup>-1</sup> (figure 76).

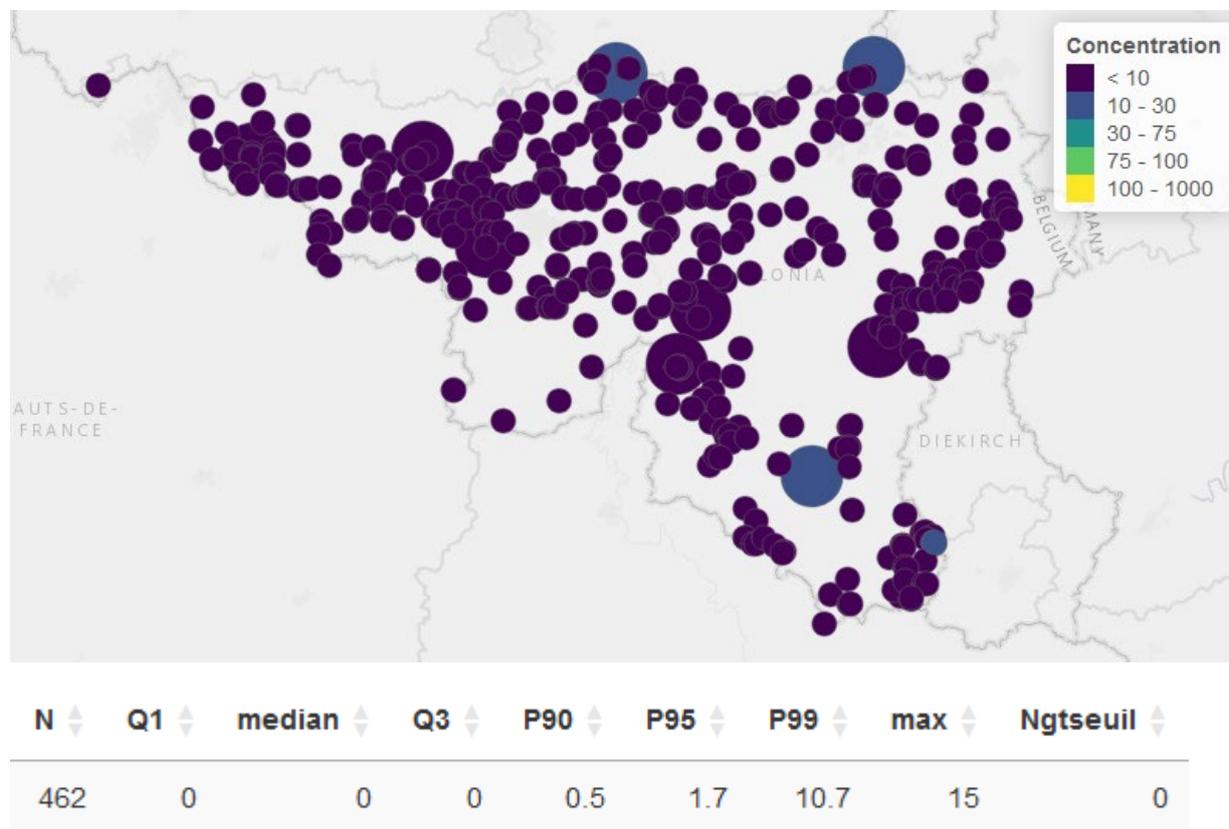


Figure 76. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en clopyralide observées dans les eaux souterraines.

## 14.14 Cloquintocet-mexyl

Le cloquintocet-mexyl est un herbicide utilisé en culture de froment sur les parcelles équipées d'un lysimètres.

### **SOL**

Cette matière active est dosée dans le sol depuis 2018 à une LOQ de  $0.5 \mu\text{g.kg}^{-1}$  puis de  $0.2 \mu\text{g.kg}^{-1}$  à partir de mai 2022. La DT50 dans le sol, déterminée en laboratoire, est de 1.75 jours.

Des échantillons prélevés le jour de l'application de cette matière active mettent en évidence cette matière active dans le sol (figure 79 et figure 80). Les échantillons prélevés plusieurs semaines après l'apport ne présentent plus de concentration quantifiable.

### **EAU**

Cette matière active est dosée dans l'eau depuis le 17/03/2023 avec une LOQ de  $0.1 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Elle a été quantifiée dans deux échantillons d'eau de la parcelle SR8 (figure 79), donnant lieu à une concentration moyenne, au cours de deux périodes de lixiviation, inférieure à  $10 \text{ ng.L}^{-1}$ .

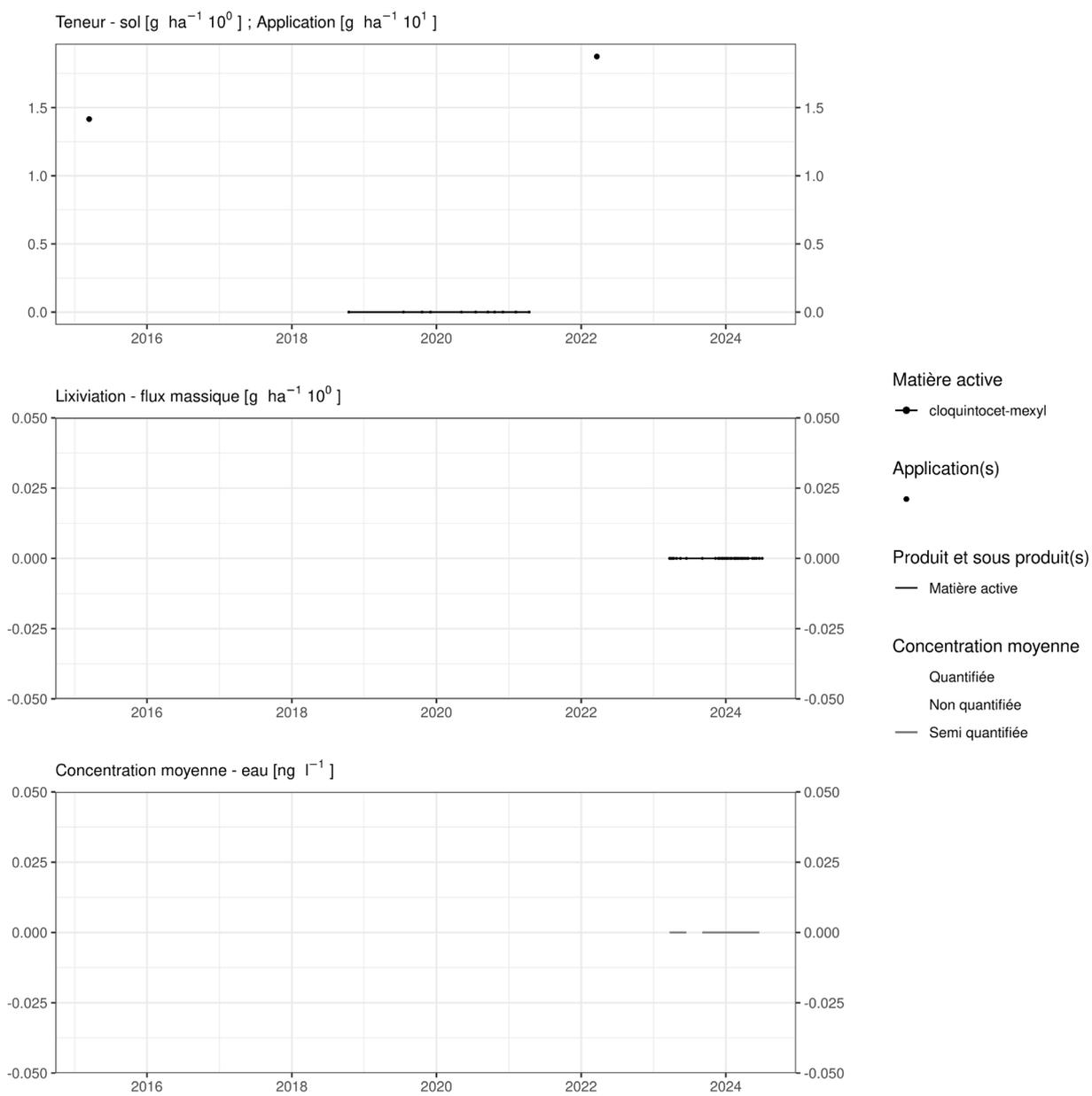
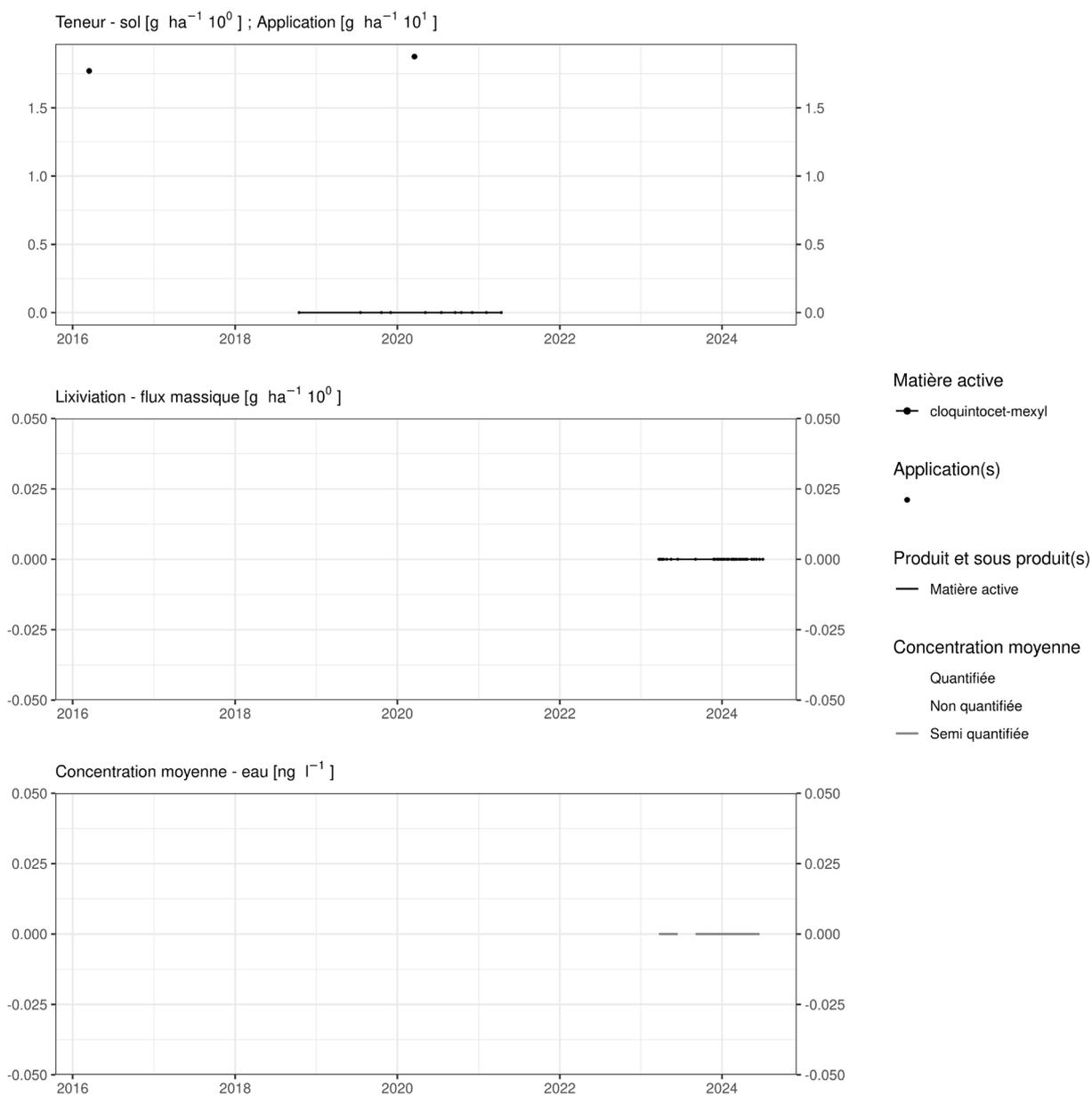
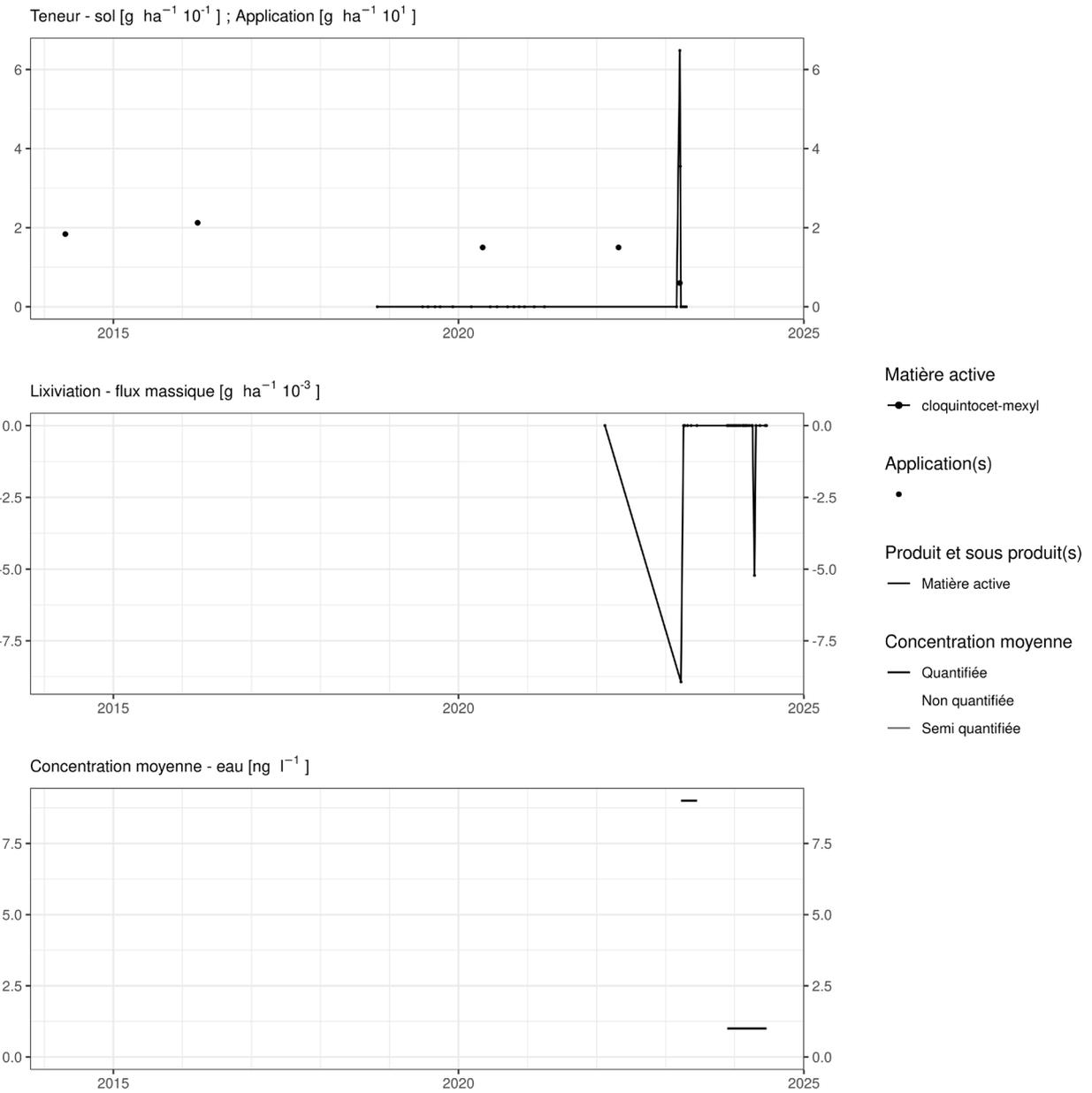


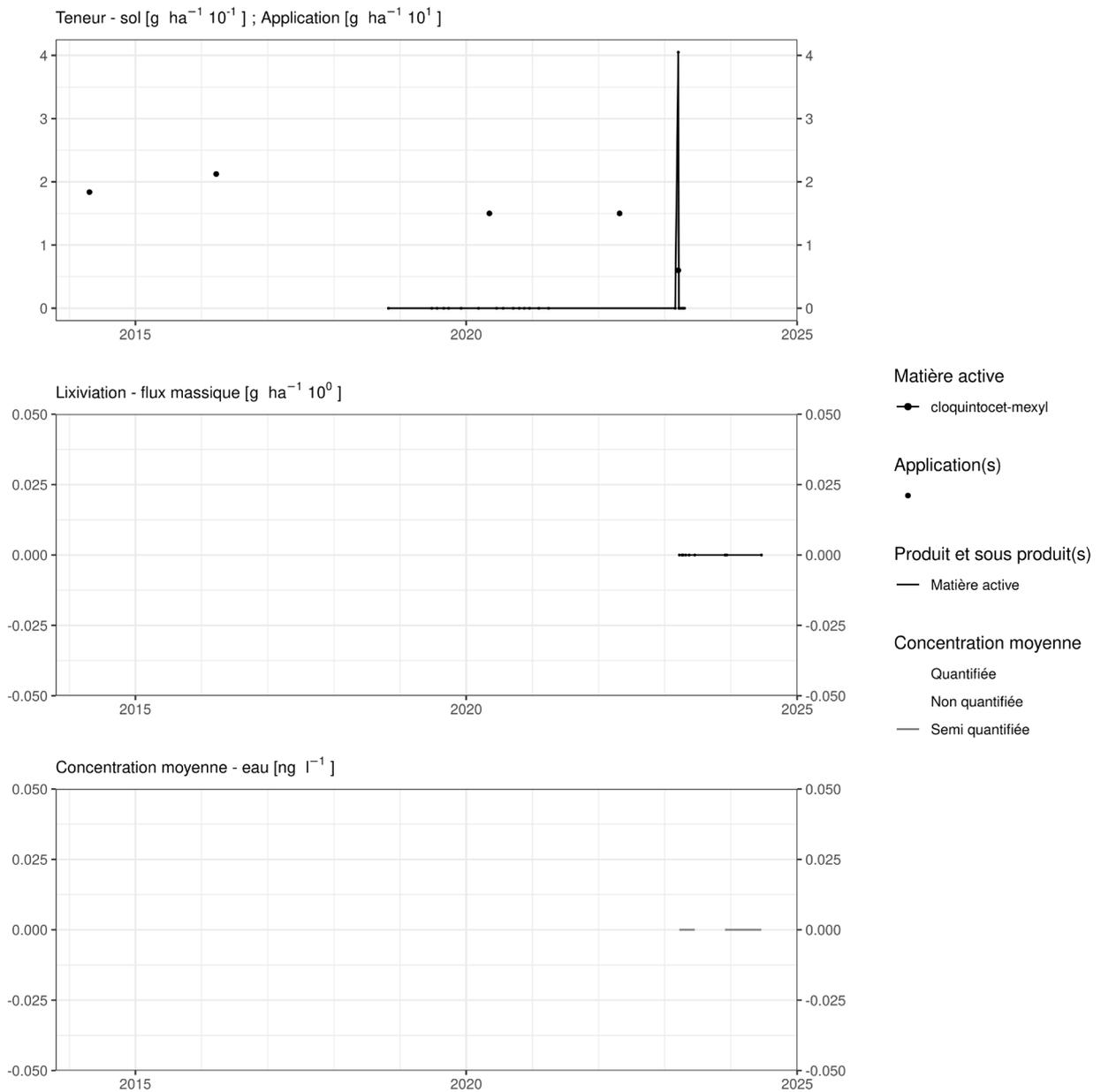
Figure 77. Applications et suivi de la teneur en cloquintocet-mexyl dans la parcelle Bovenistier.



**Figure 78. Applications et suivi de la teneur en cloquintocet-mexyl dans la parcelle Chemin de fer.**



**Figure 79. Applications et suivi de la teneur en cloquintocet-mexyl dans la parcelle SR8.**



**Figure 80. Applications et suivi de la teneur en cloquintocet-mexyl dans la parcelle SR16.**

## **EAU SOUTERRAINE**

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.15 Clothianidine

La clothianidine est un insecticide d'enrobage de semences de betterave et un métabolite du thiamethoxame. Cette matière active est interdite d'utilisation dans l'Union Européenne depuis le 31/01/2019 mais la Belgique a donné plusieurs dérogations d'usage jusqu'en 2022. Cette matière active est suivie dans les sols depuis 2018 avec une LOQ de 2 puis de 1  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  depuis mai 2022. Sa DT50 est de 121.2 jours dans le sol.

Cette matière active est suivie dans l'eau depuis 2018. Sa LOQ est de 0.04  $\mu\text{g.L}^{-1}$  avant mai 2022 puis 0.1  $\mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice de lixiviation GUS est de 3.74.

### **SOL**

Sur la parcelle Haute Bova, cette matière active est présente dans le sol à une concentration décroissante inférieure à une dizaine de grammes par hectare au printemps 2024 (figure 81). Des betteraves ont été cultivées sur cette parcelle en 2006, 2010, 2014 et 2018.

Des betteraves ont été cultivées sur cette parcelle en 2002 et 2018 sur la parcelle Chemin de fer. Cette matière active est présente dans le sol à une concentration décroissante de l'ordre de quelques grammes par hectare en 2024 (figure 82).

Sur la parcelle Bovenistier, des betteraves ont été cultivées sur cette parcelle en 2007, 2012 et 2019 (sans clothianidine). Cette matière active est sporadiquement présente dans le sol à une concentration décroissante de l'ordre de quelques grammes par hectare (figure 83).

Sur la parcelle Sole 4, des betteraves ont été cultivées sur cette parcelle en 2002 et 2017. Cette matière active est présente dans le sol à une concentration décroissante de l'ordre de quelques grammes par hectare (figure 84).

Sur les parcelles Sol-Résidus, des betteraves ont été cultivées sur cette parcelle en 2007, 2017 et 2021. Cette matière active est présente dans le sol à une concentration décroissante de l'ordre de quelques grammes par hectare au printemps 2024 (figure 85 à figure 88).

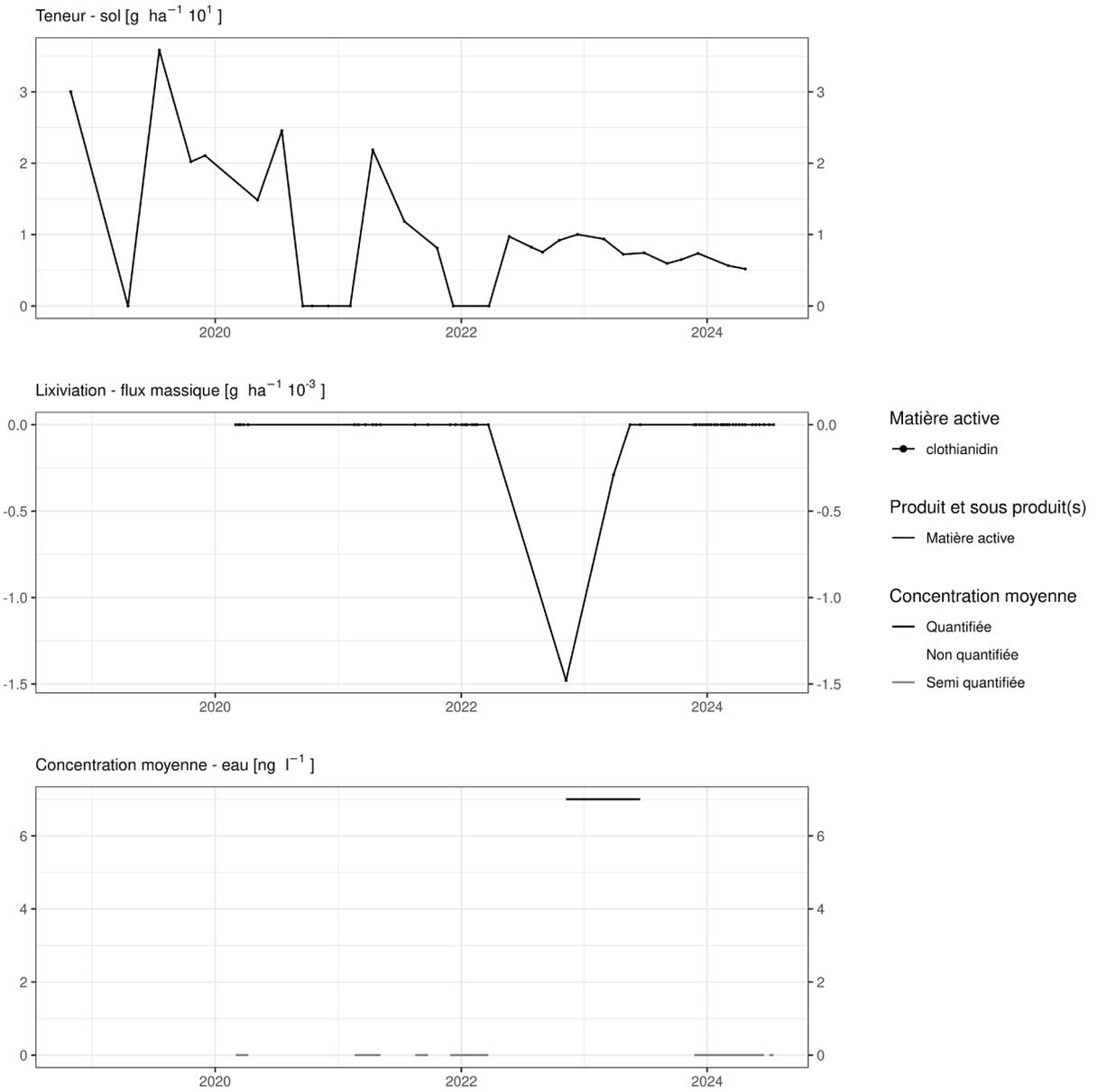
### **EAU**

Sur les parcelles Haute Bova et Chemin de fer, les flux massiques n'ont jamais excédé quelques millièmes de  $\text{g.ha}^{-1}$ . De ce fait, les concentrations moyennes n'ont pas dépassé 10  $\text{ng.L}^{-1}$ .

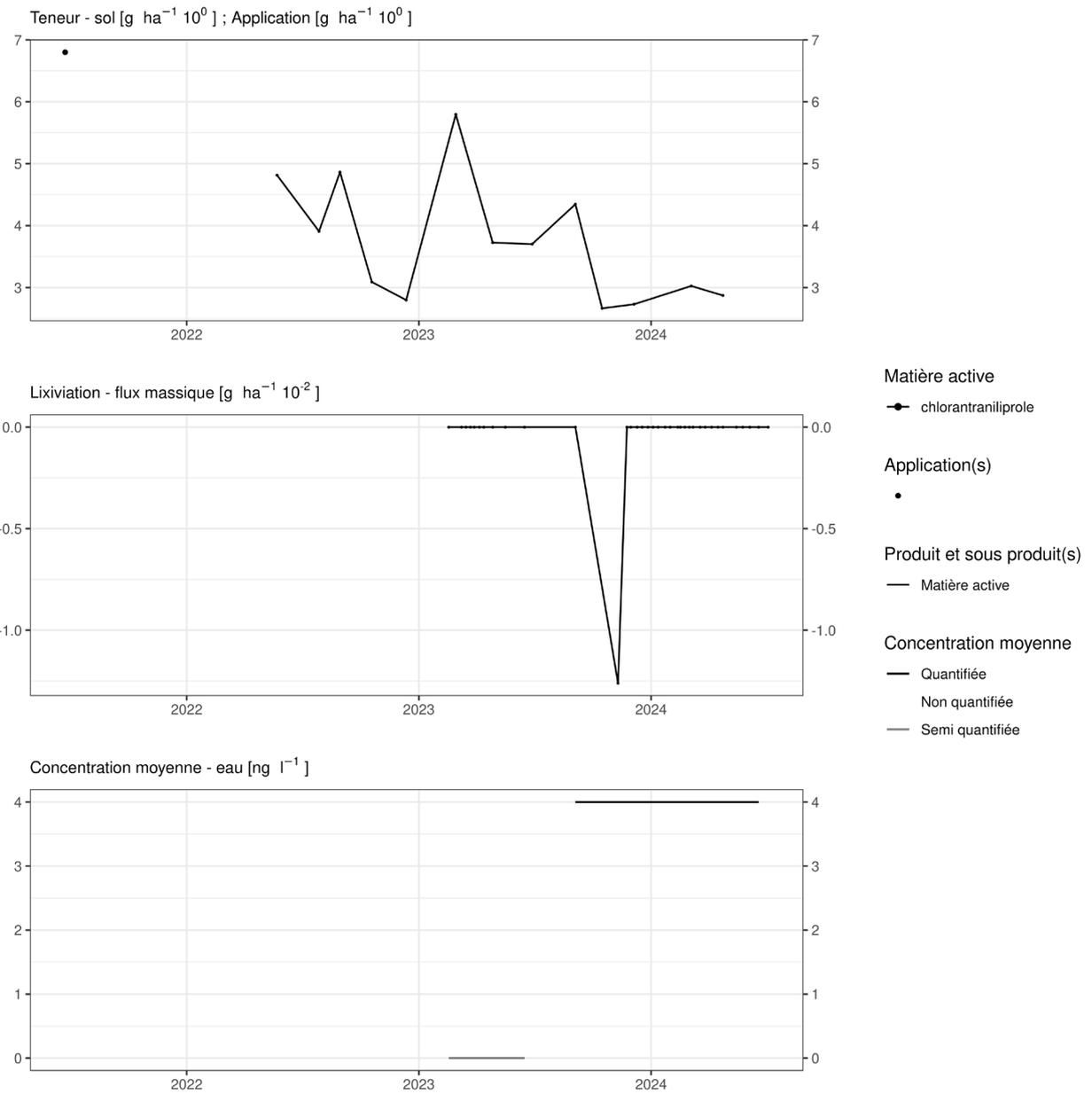
Sur la parcelle Bovenistier, elle n'a jamais été détectée dans l'eau.

Sur la parcelle Sole 4, des flux importants ont été détectés au cours de l'hiver 2022-2023, conduisant à une concentration moyenne au cours de cette période de l'ordre de 50  $\text{ng.L}^{-1}$ .

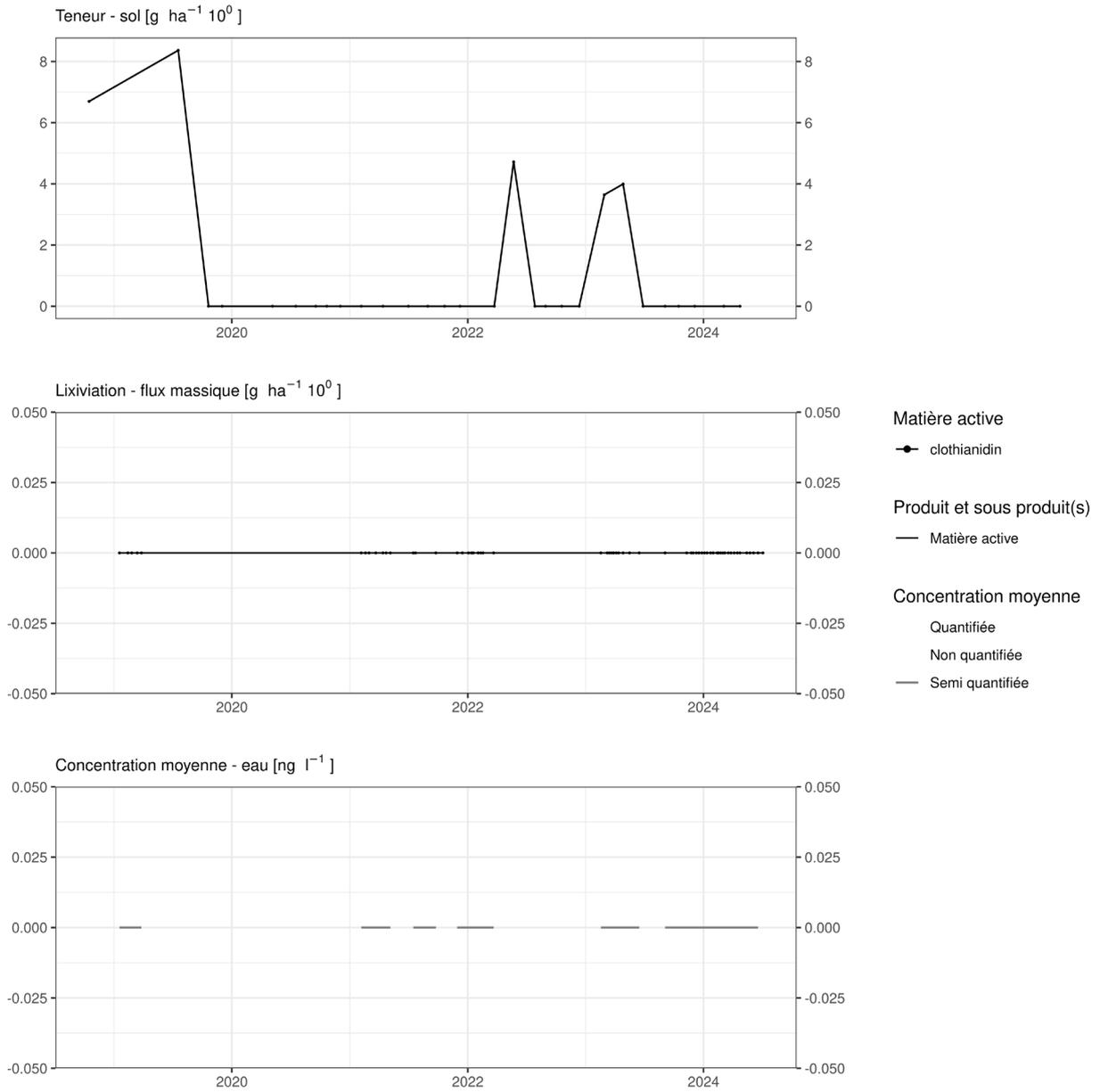
Dans les parcelles Sol-Résidus, les flux massiques ont été rares, de sorte que la concentration moyenne à l'échelle d'une période de percolation n'a jamais excédé quelques  $\text{ng.L}^{-1}$ .



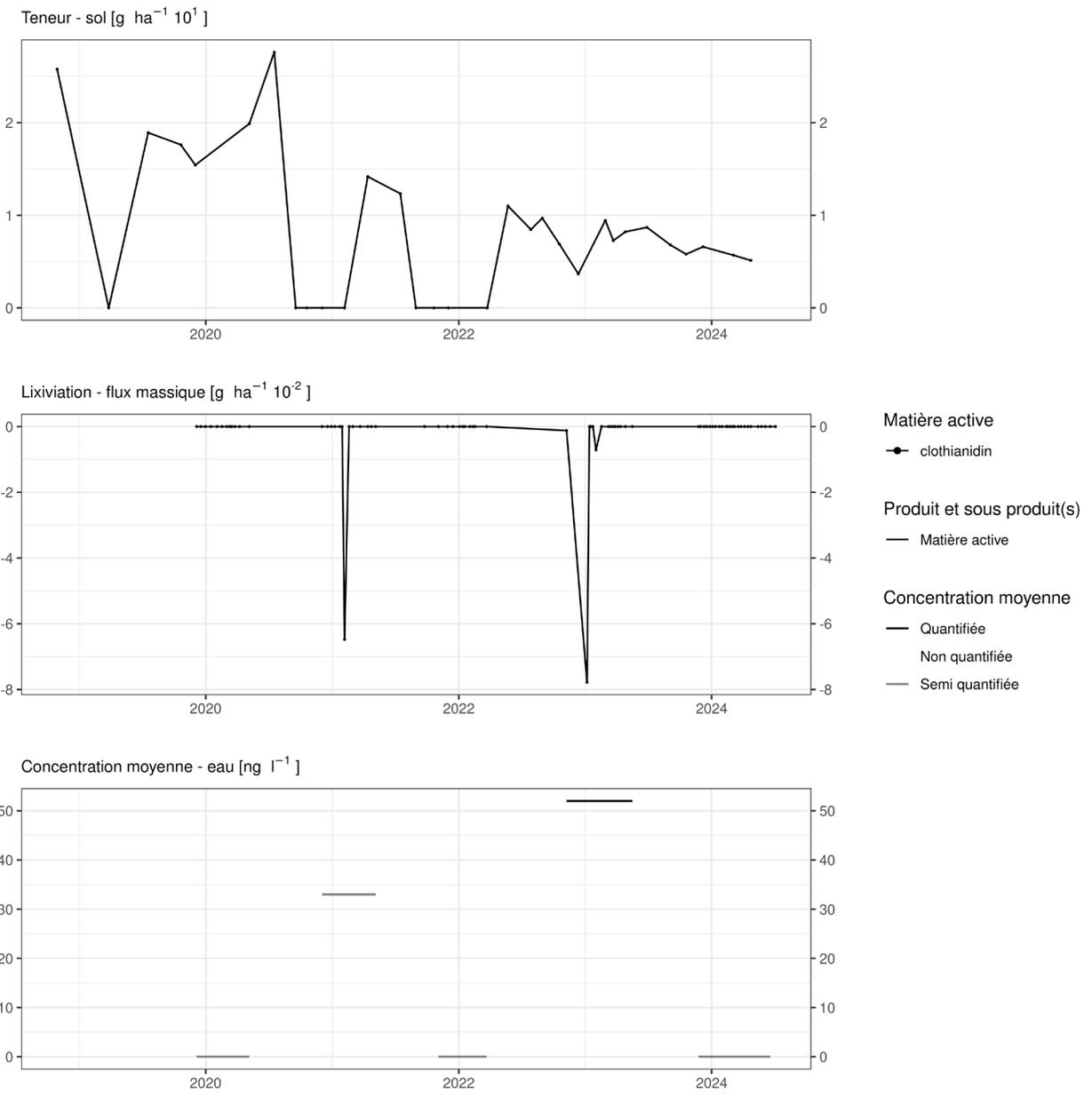
**Figure 81. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle Haute Bova.**



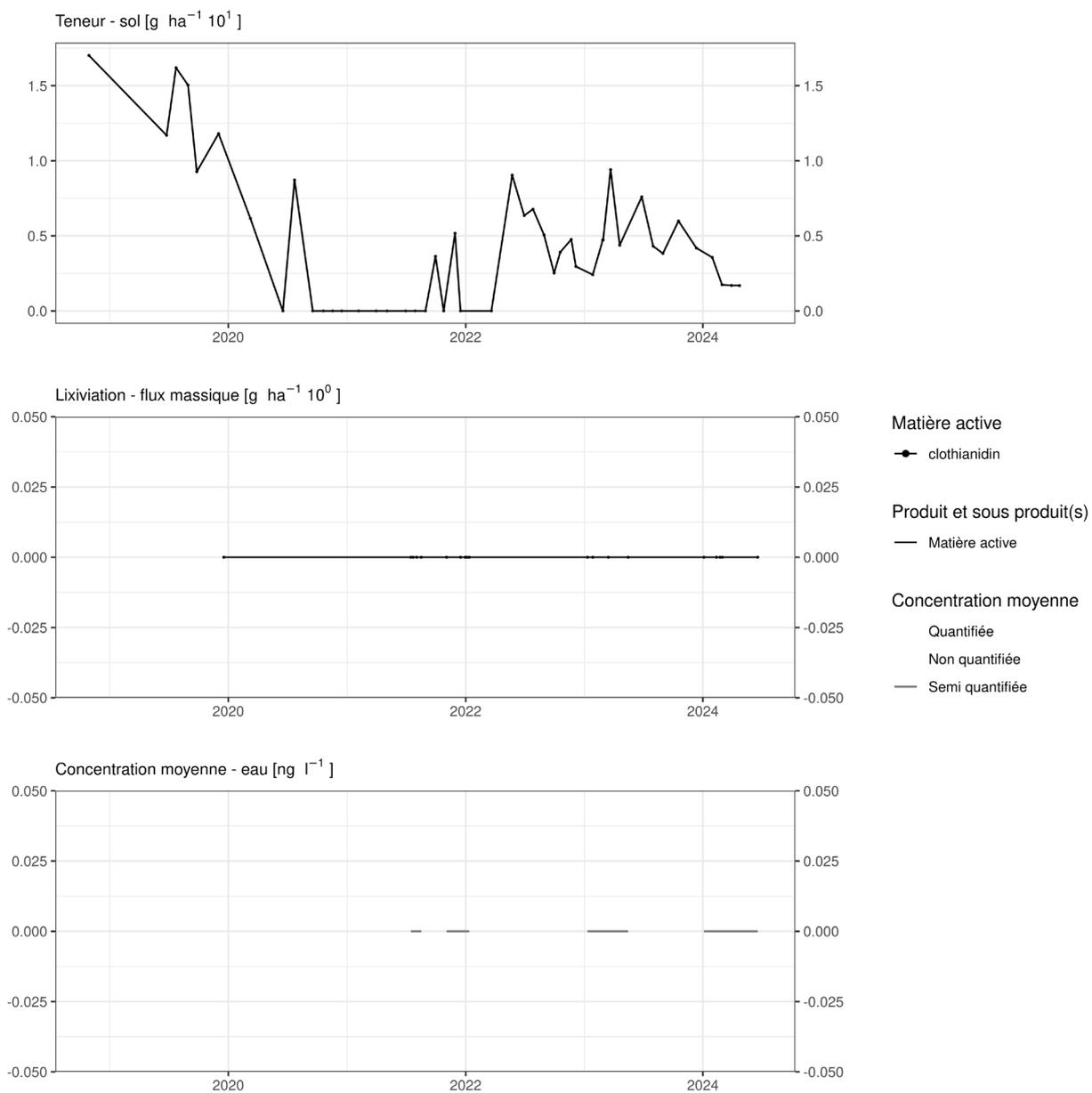
**Figure 82. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle Chemin de fer.**



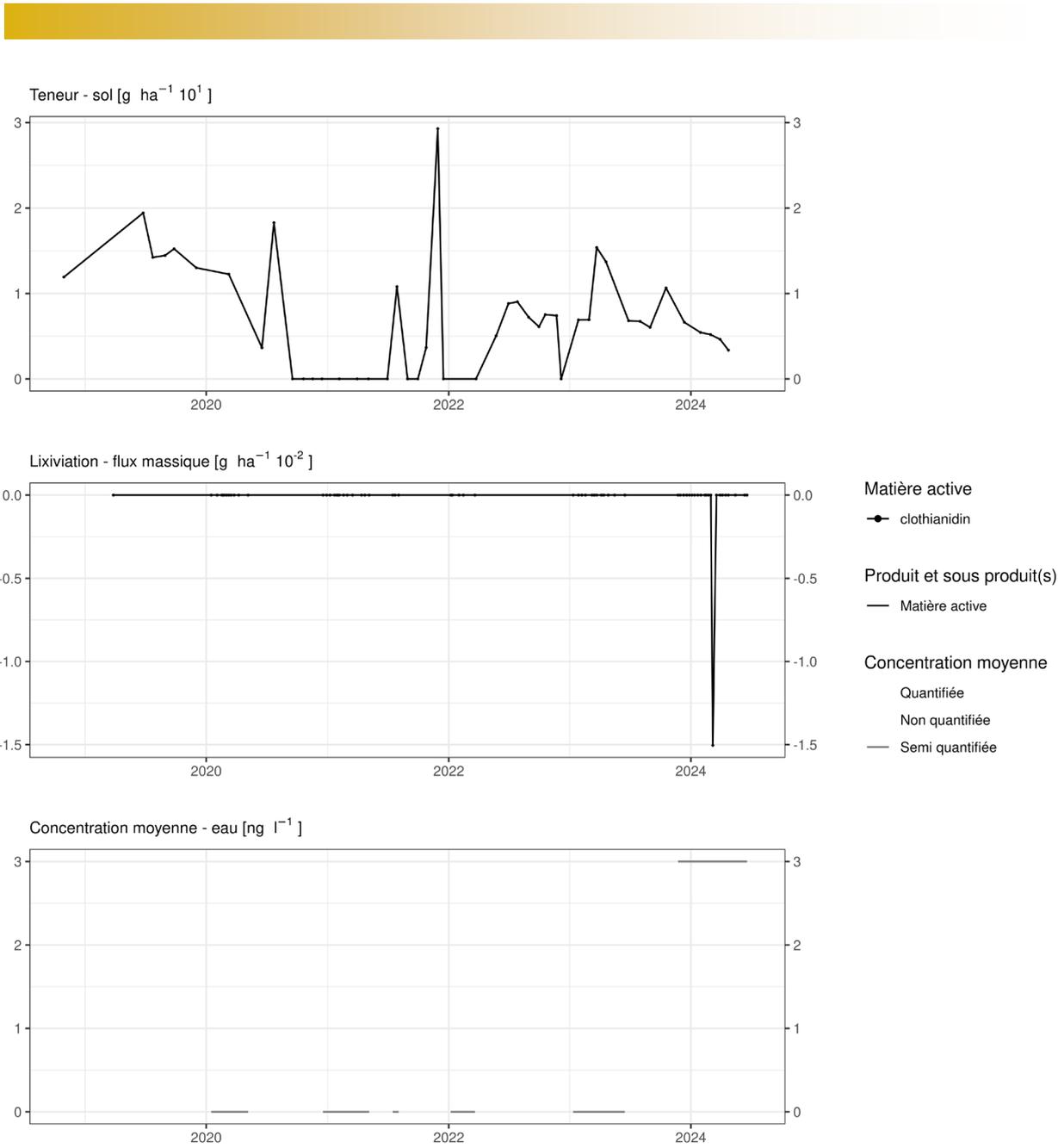
**Figure 83. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle Bovenistier.**



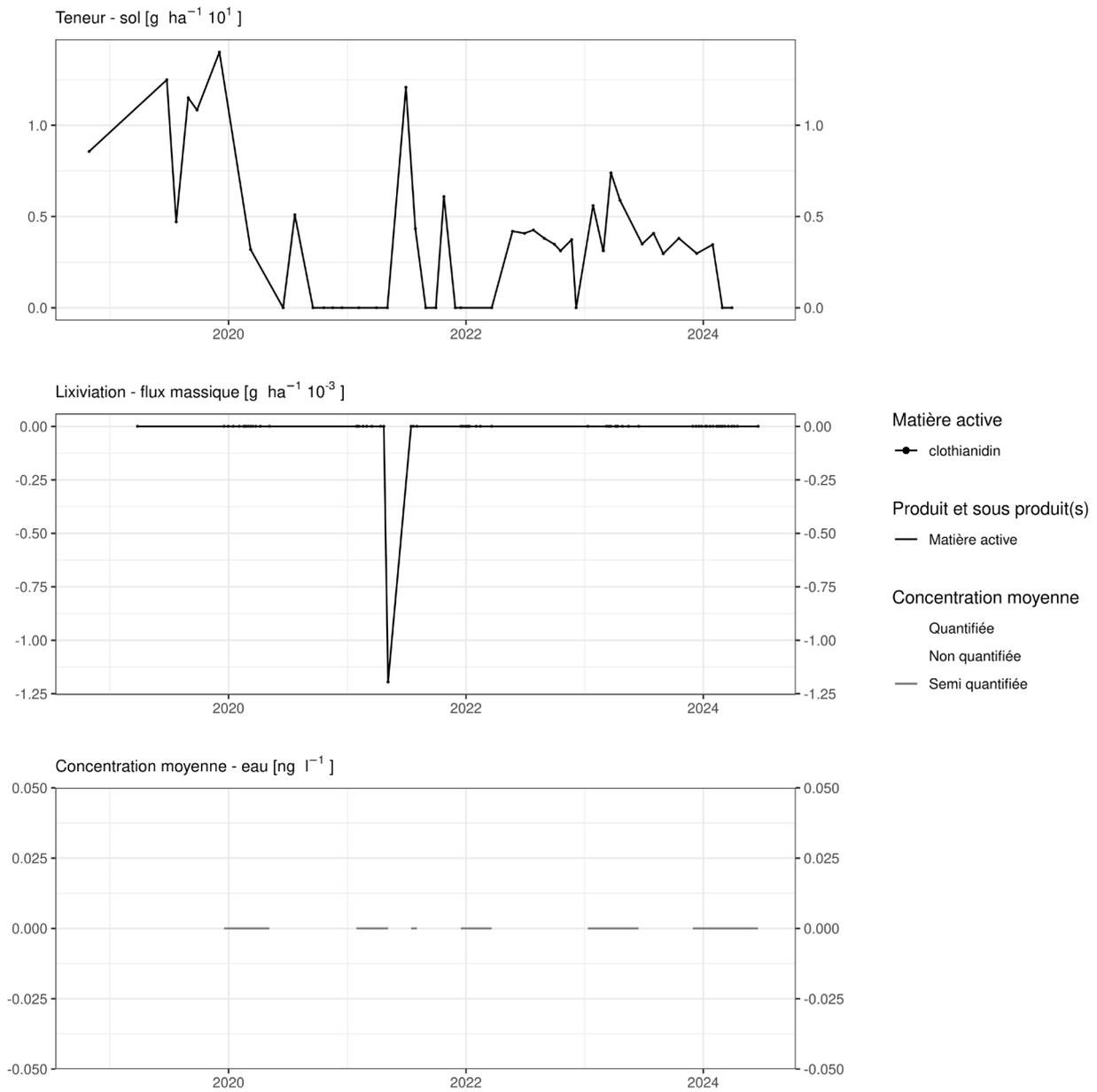
**Figure 84. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle Sole 4.**



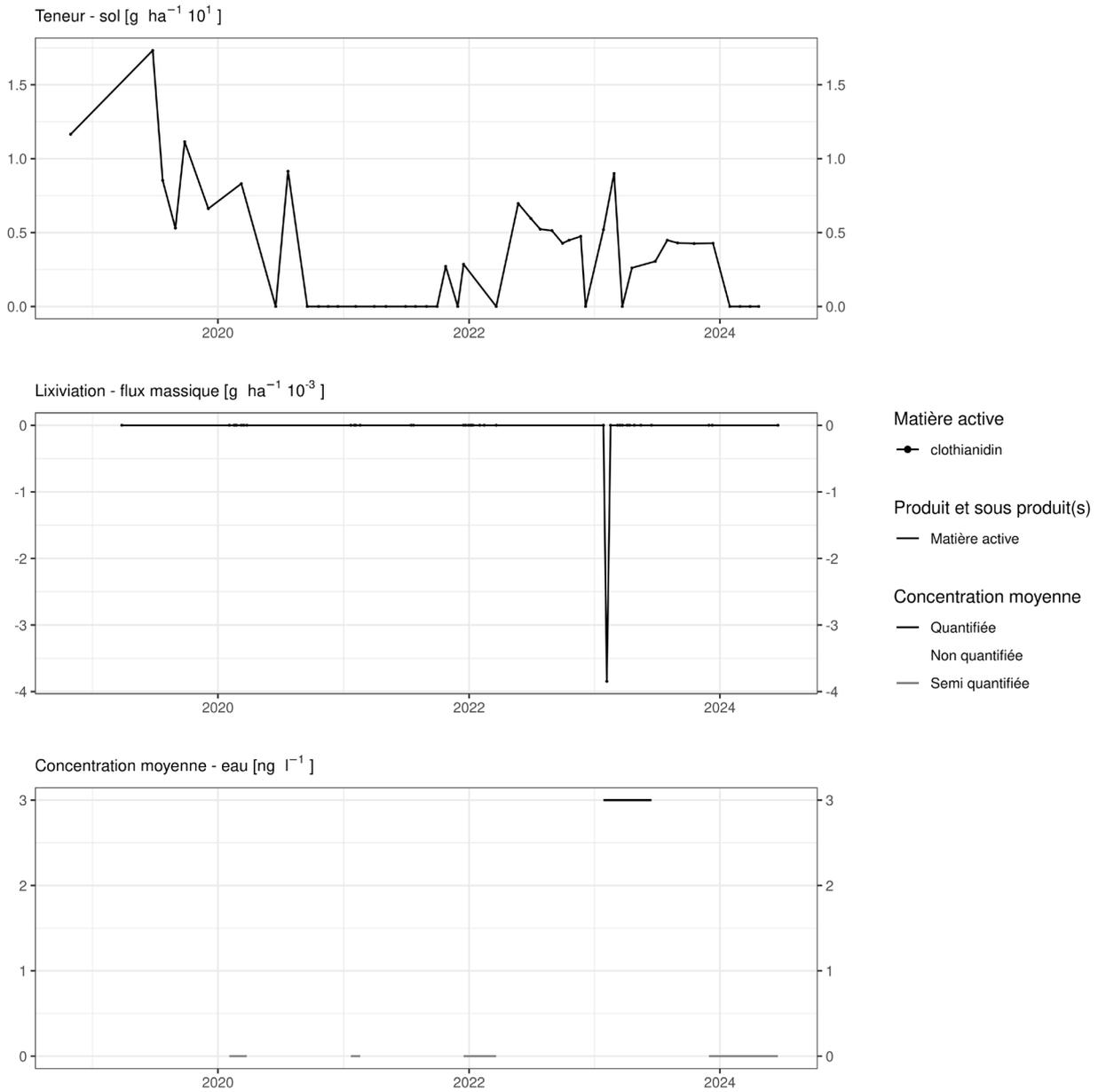
**Figure 85. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle SR4.**



**Figure 86. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle SR8.**



**Figure 87. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle SR12.**



**Figure 88. Applications et suivi de la teneur en clothianidine dans la parcelle SR16.**

### EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Son usage étant interdit depuis quelques années, il n'est pas prioritaire de l'intégrer dans le monitoring des eaux souterraines.

## 14.16 Cymoxanil

Le cymoxanil est un fongicide essentiellement utilisé pour la culture de pomme de terre mais également pour quelques légumes.

### **SOL**

Cette matière active n'est pas suivie dans le sol.

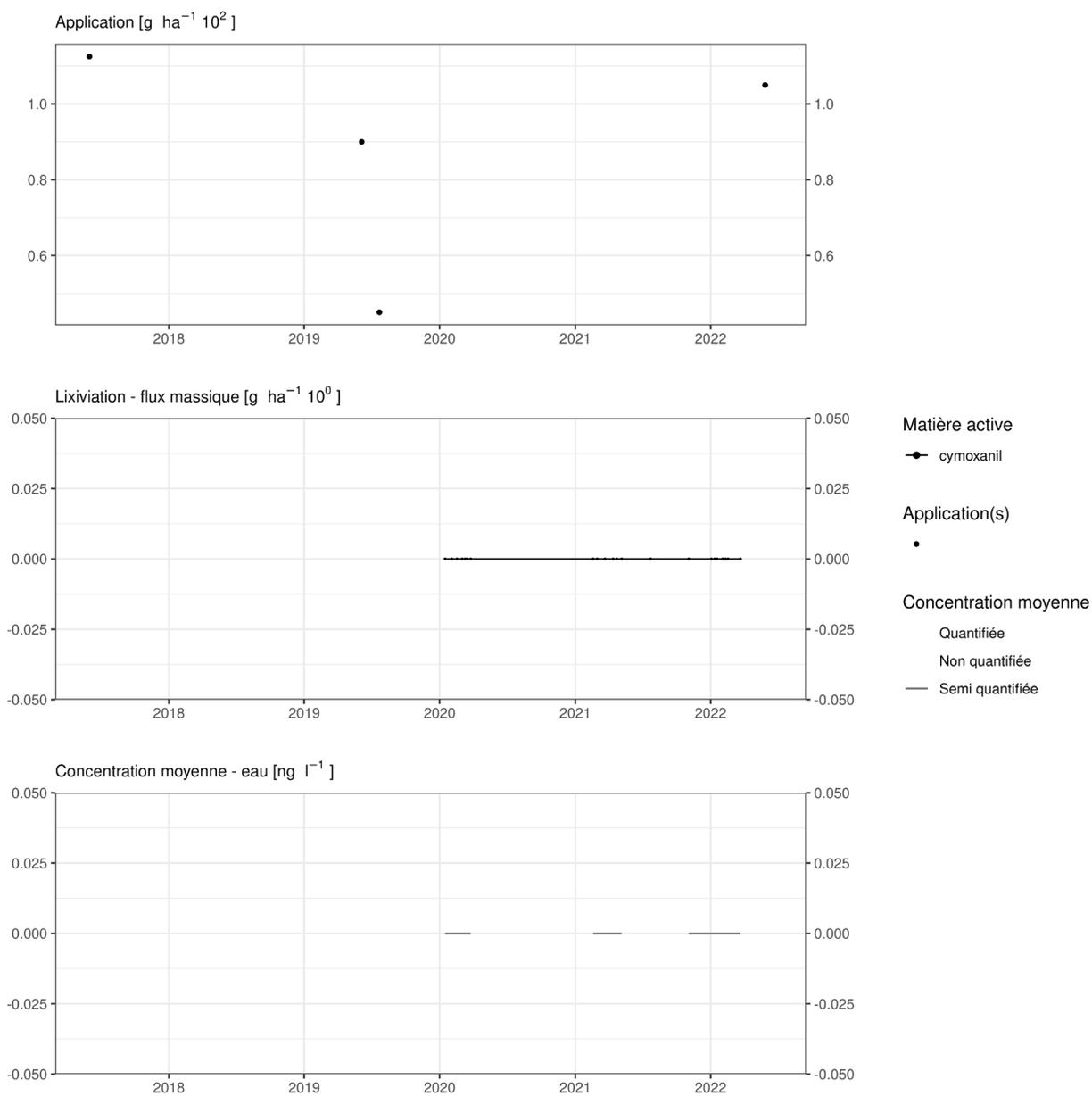
### **EAU**

Cette matière active a été suivie dans l'eau de 2018 à 2022.

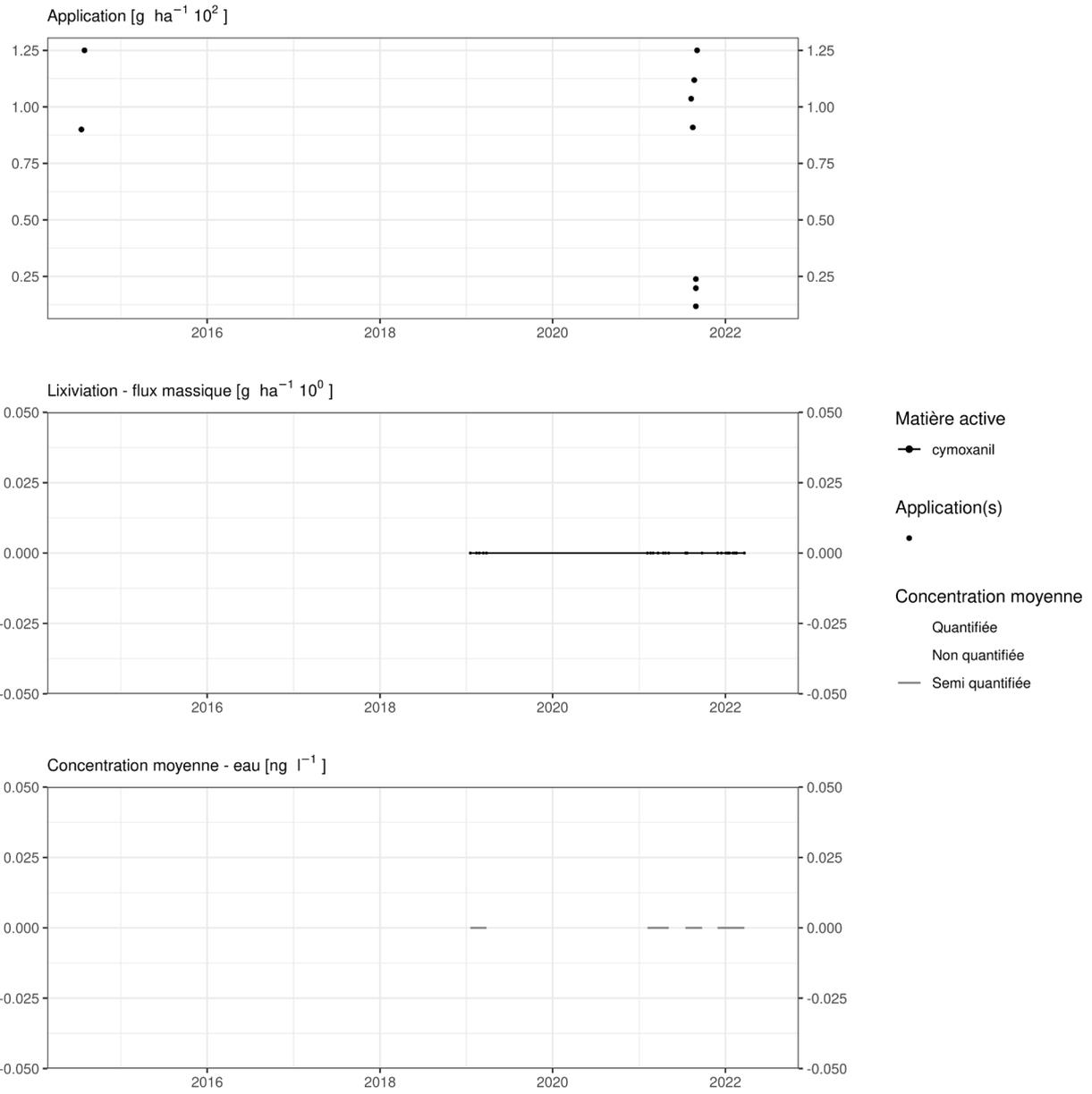
Sur la parcelle Chemin de fer (figure 89), deux apports d'une centaine de  $\text{g}\cdot\text{ha}^{-1}$  ont été réalisés en 2017 et en 2019. La matière active n'a pas été détectée dans l'eau au cours de la période de percolation qui a suivi.

Sur la parcelle Bovenistier (figure 90), des apports totalisant environ  $500 \text{ g}\cdot\text{ha}^{-1}$  ont été réalisés au printemps 2021. La matière active n'a pas été détectée dans l'eau au cours de la période de percolation qui a suivi.

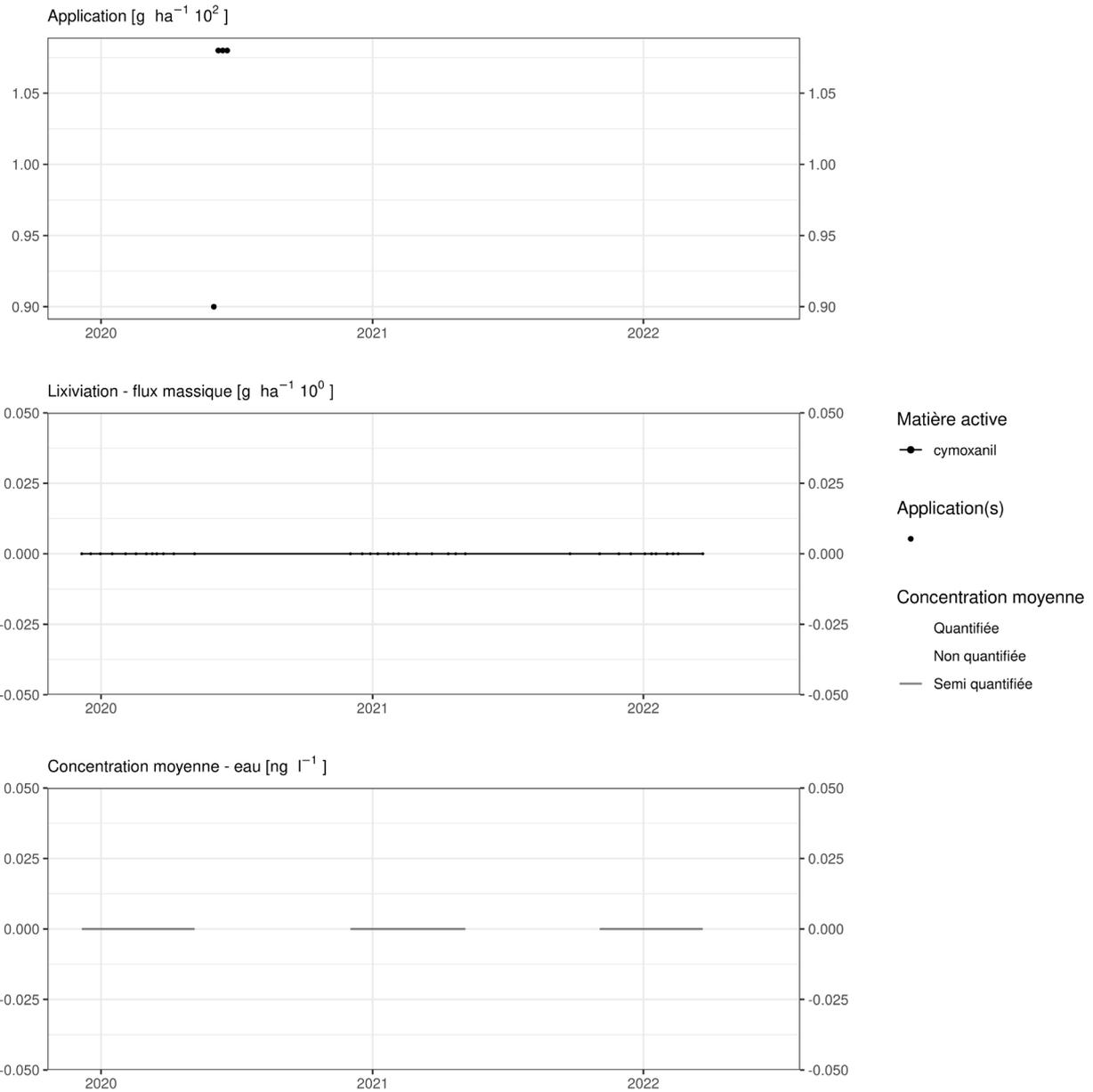
Sur la parcelle Sole 4 (figure 91), des apports totalisant environ  $300 \text{ g}\cdot\text{ha}^{-1}$  ont été réalisés au printemps 2020. La matière active n'a pas été détectée dans l'eau au cours des deux périodes de percolation qui a suivi.



**Figure 89. Applications et suivi de la teneur en cymoxanil dans la parcelle Chemin de fer.**



**Figure 90. Applications et suivi de la teneur en cymoxanil dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 91. Applications et suivi de la teneur en cymoxanil dans la parcelle Sole 4.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il est recommandé de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.17 Cyproconazole

Le cyproconazole est un fongicide utilisé pour la culture de froment.

### **SOL**

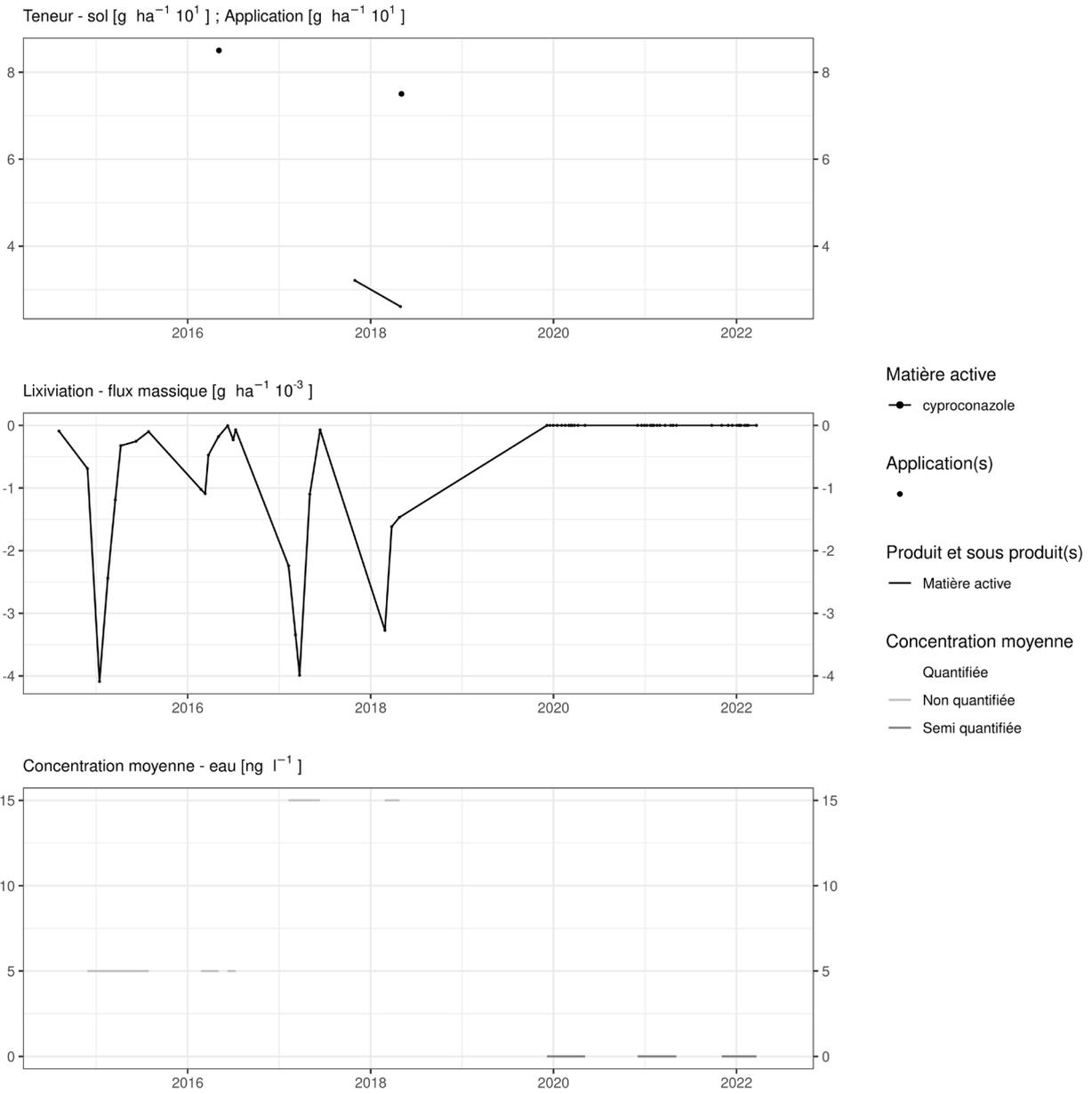
Cette matière active n'est pas suivie dans le sol.

### **EAU**

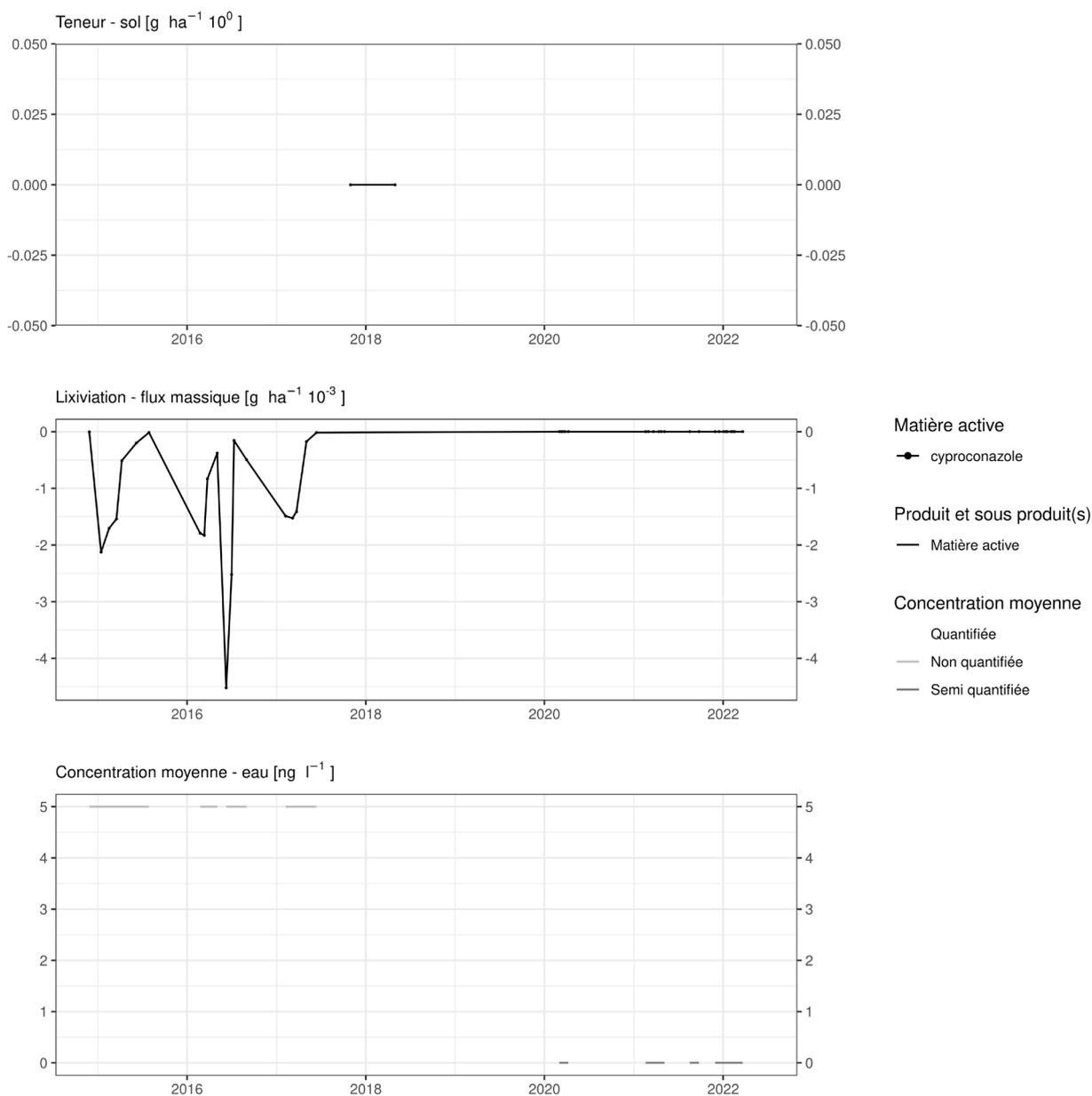
Cette matière active a été suivie dans l'eau jusqu'en 2022.

Sur la parcelle Sole 4 (figure 92), depuis 2010, deux apports ont été réalisés, l'un en 2016 (85 g.ha<sup>-1</sup>), l'autre en 2018 (75 g.ha<sup>-1</sup>). La matière active a été détectée jusque début 2018 dans quelques échantillons correspondant à des flux massiques de l'ordre de quelques millièmes de g.ha<sup>-1</sup> par échantillon. Ces flux ont généré une concentration moyenne lors des périodes de percolation de l'ordre de quelques ng.L<sup>-1</sup>.

Sur la parcelle Haute Bova, aucun traitement à base de cette matière active n'a été réalisé depuis 2010. Néanmoins, le cyproconazole est également régulièrement détecté dans l'eau collectée à l'exutoire des lysimètre correspondant à des flux massiques également de l'ordre de quelques millièmes de g.ha<sup>-1</sup> par échantillon. Ces flux ont généré une concentration moyenne lors des périodes de percolation de l'ordre de quelques ng.L<sup>-1</sup>.



**Figure 92. Applications et suivi de la teneur en cyproconazole dans la parcelle Sole 4.**



**Figure 93. Applications et suivi de la teneur en cyproconazole dans la parcelle Haute Bova.**

### EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.18 Desmediphame

Le desmediphame est un herbicide utilisé sur culture de betterave dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Dans le sol cette molécule a été suivie entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de  $0.6 \mu\text{g.kg}^{-1}$ . Sa DT50 est de 8 jours dans le sol.

Sur la parcelle Haute Bova, quelques semaines après le traitement, la matière active n'est plus quantifiable dans le sol (figure 95).

Quelques mois après un traitement, l'observations (figure 94) est la suivante : sur la parcelle Chemin de fer, quatre apports totalisant un peu plus de  $400 \text{ g.ha}^{-1}$  sont réalisés au printemps 2018. En automne de la même année, la concentration dans le sol est d'un peu moins de  $20 \text{ g.ha}^{-1}$ .

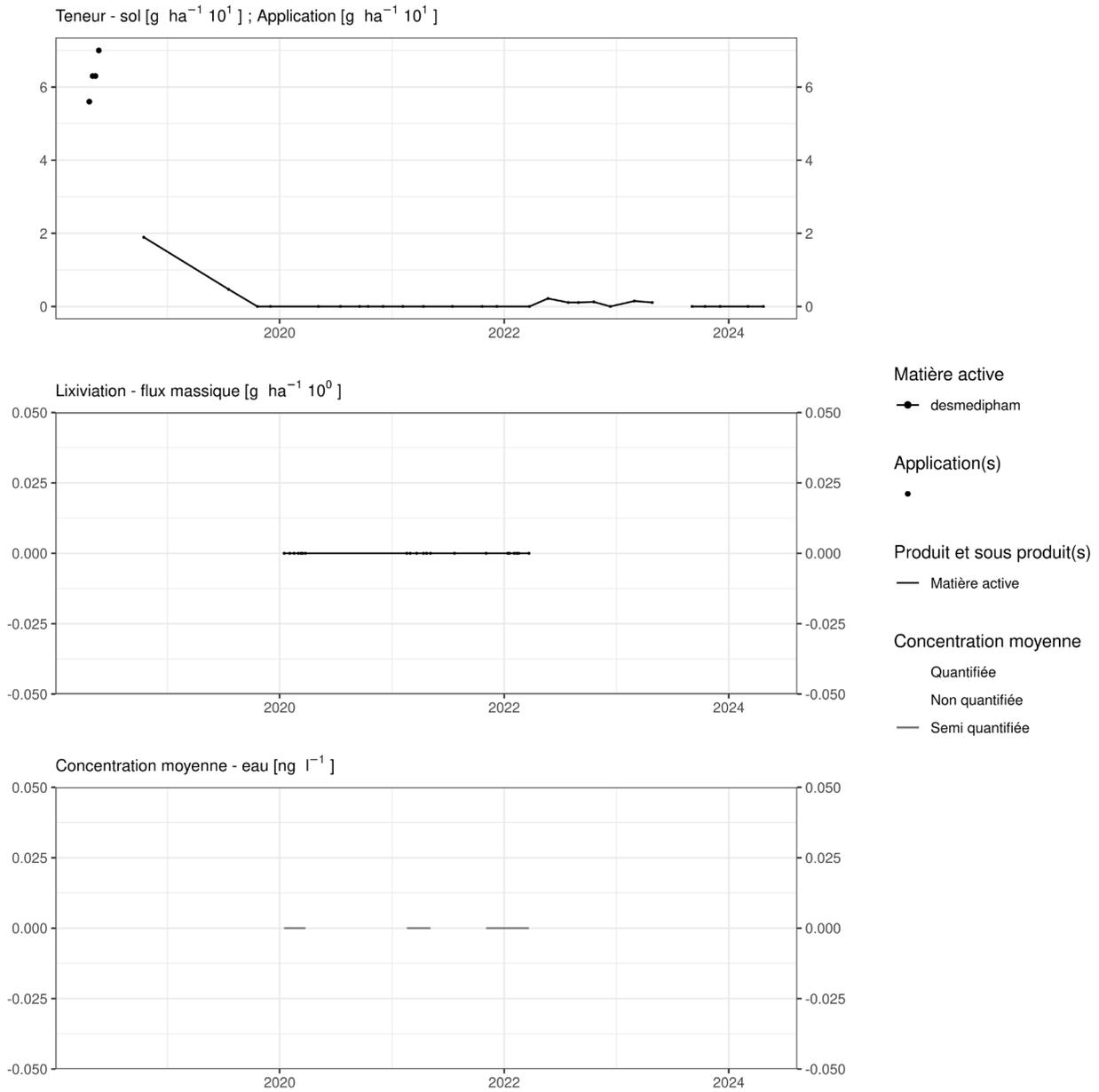
Quelques années après le traitement (figures 96 à 99), les observations menées sur les parcelles Sol-Résidus indiquent qu'après un apport d'un peu plus de  $150 \text{ g.ha}^{-1}$  au printemps 2017, la substance est présente à une concentration d'environ  $1 \text{ g.ha}^{-1}$  en 2019 et n'est plus décelée à partir de 2020.

La même conclusion peut être faite sur la parcelle Chemin de fer.

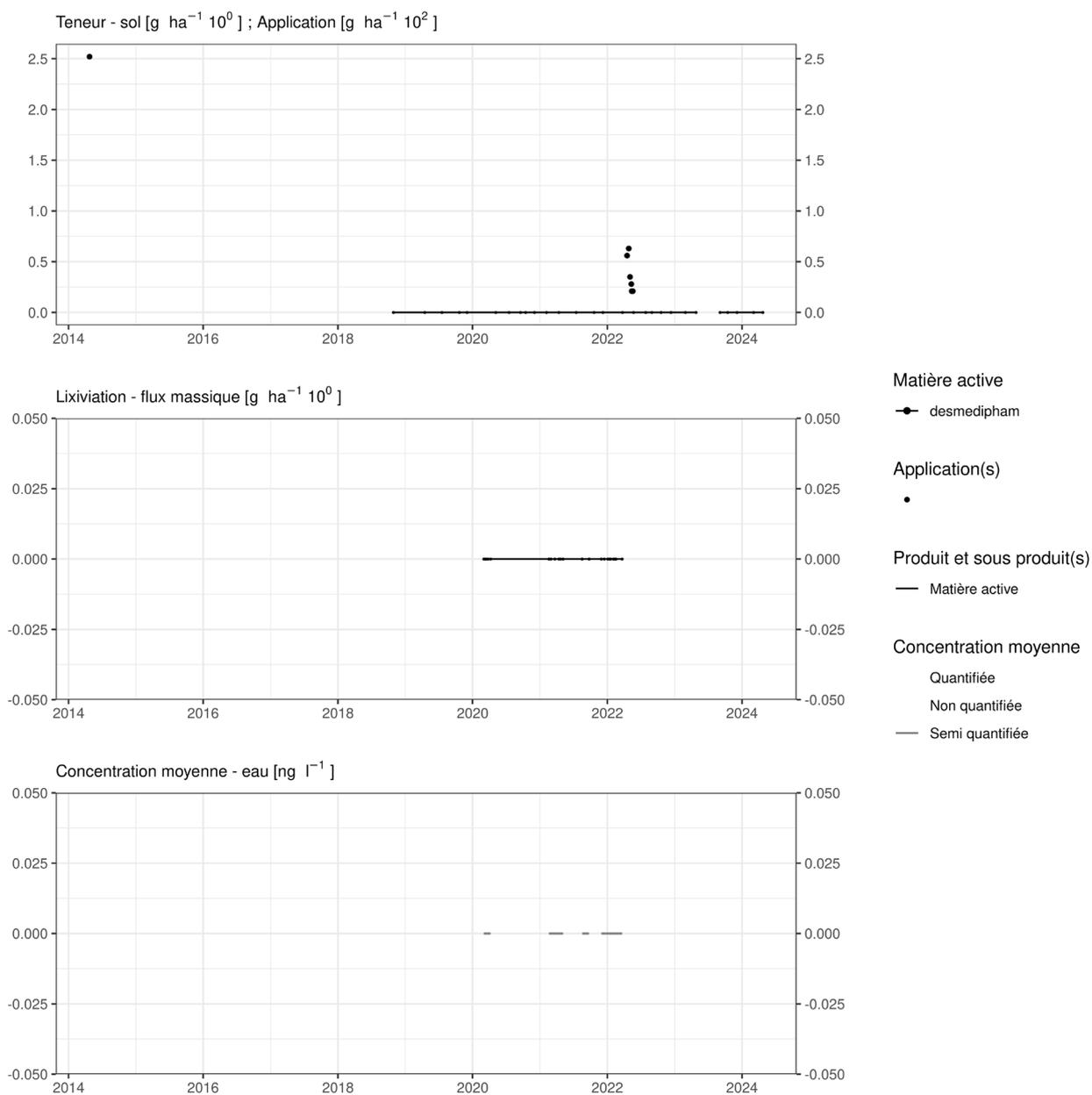
### **EAU**

Dans l'eau cette molécule a été suivie entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de  $0.4 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice de lixiviation GUS est de 0.35.

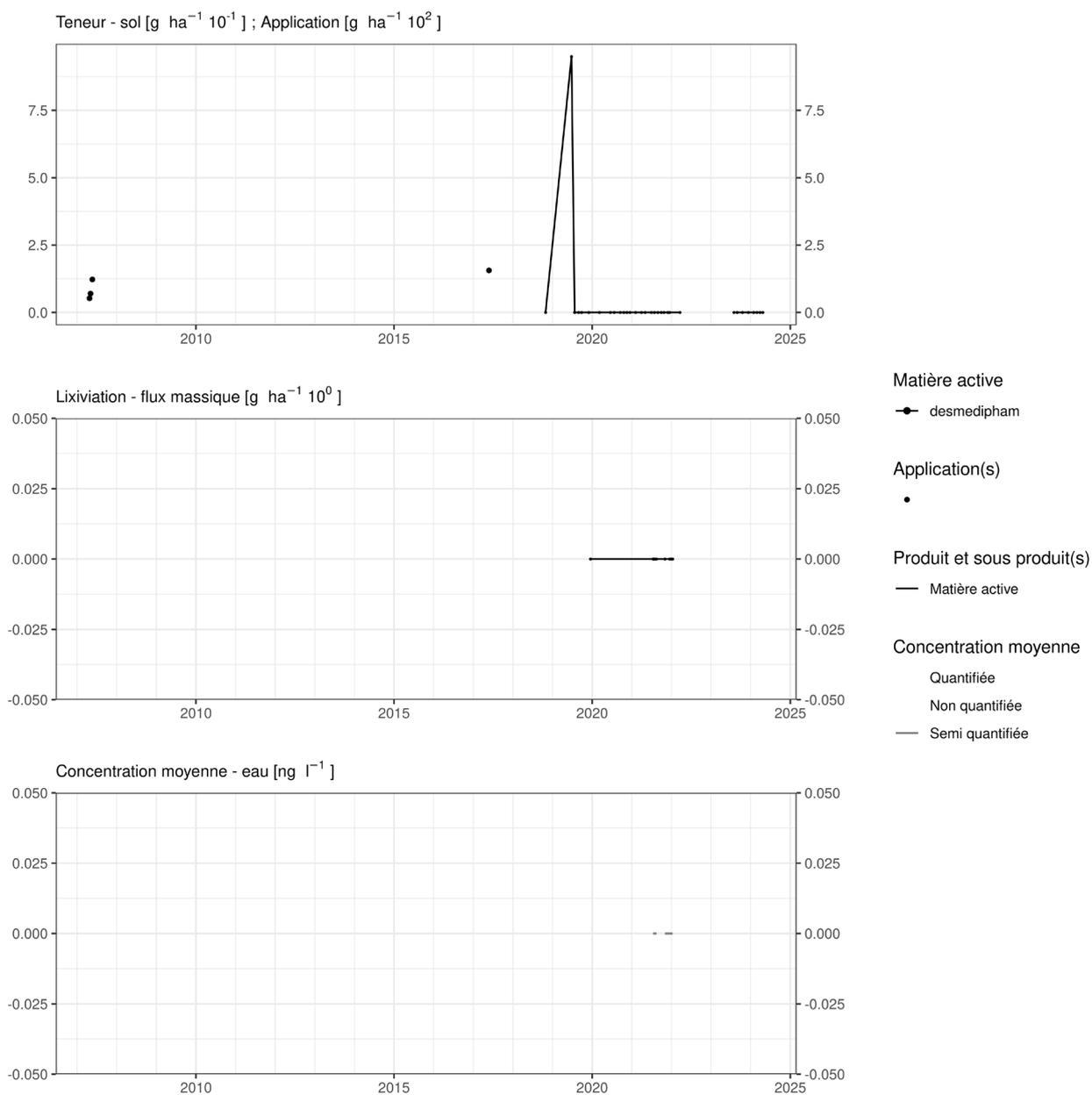
Cette matière active n'a jamais été détectée dans l'eau collectée à l'exutoire des lysimètres.



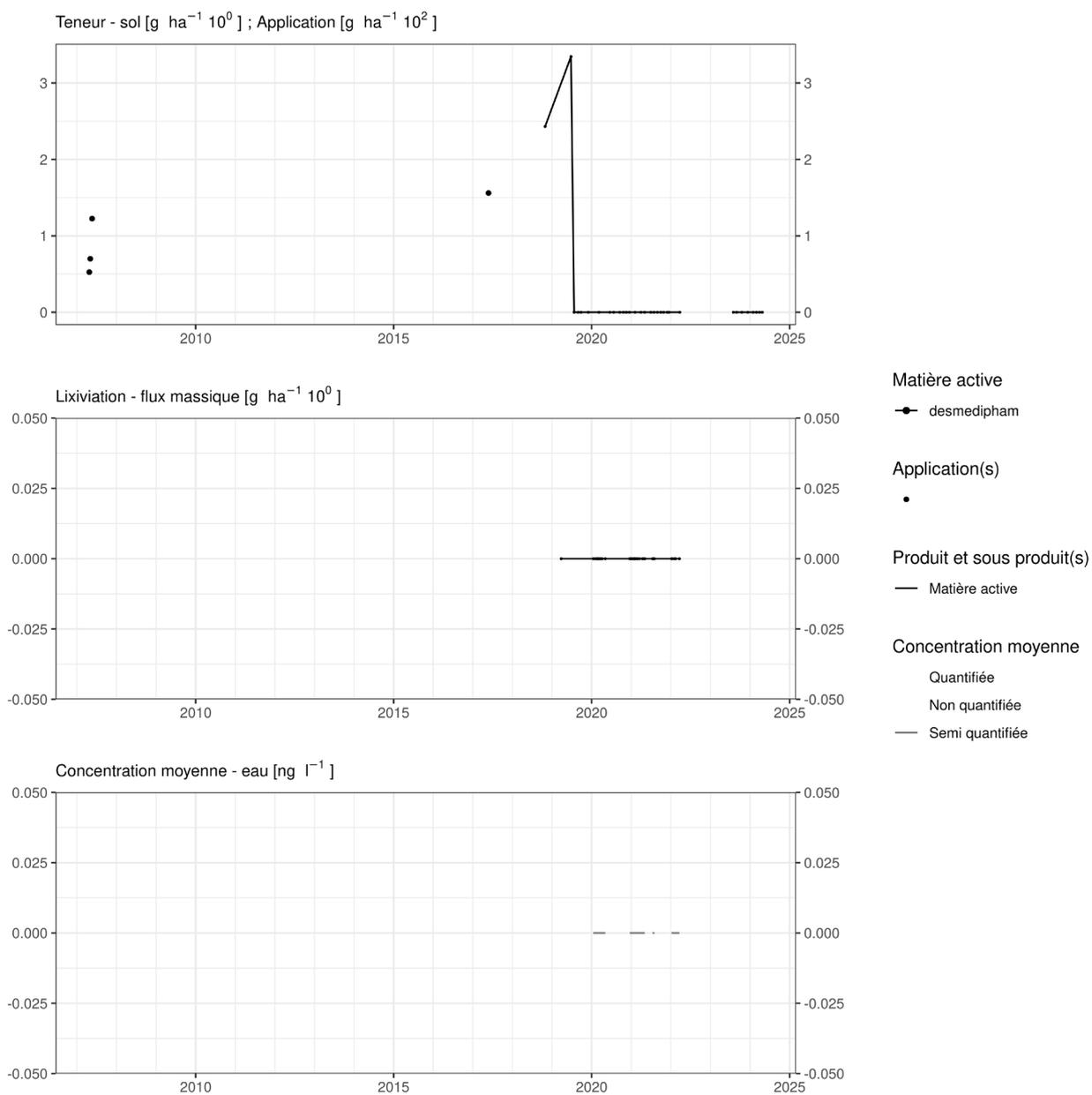
**Figure 94. Applications et suivi de la teneur en desmedipham dans la parcelle Chemin de fer.**



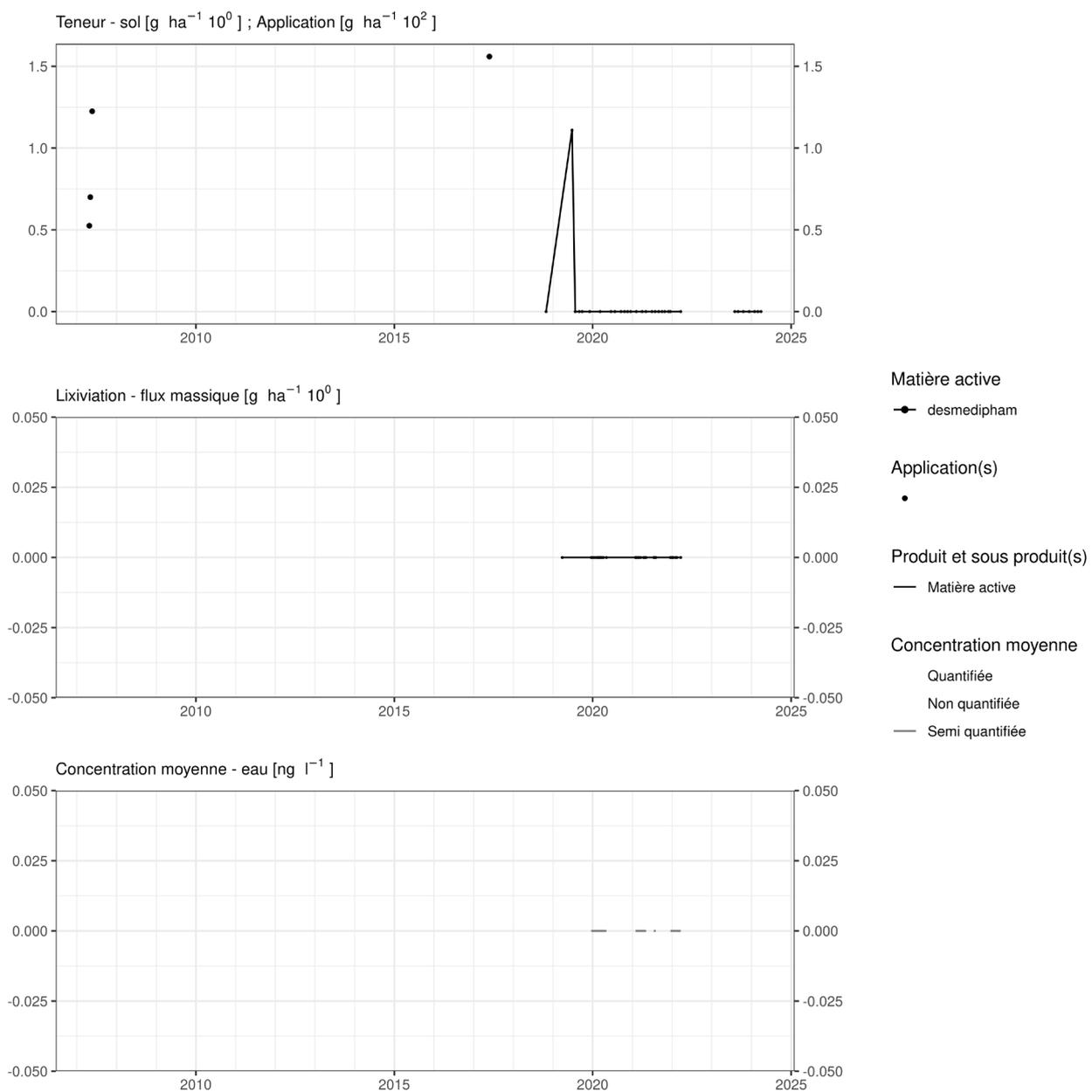
**Figure 95. Applications et suivi de la teneur en desmedipham dans la parcelle Haute Bova.**



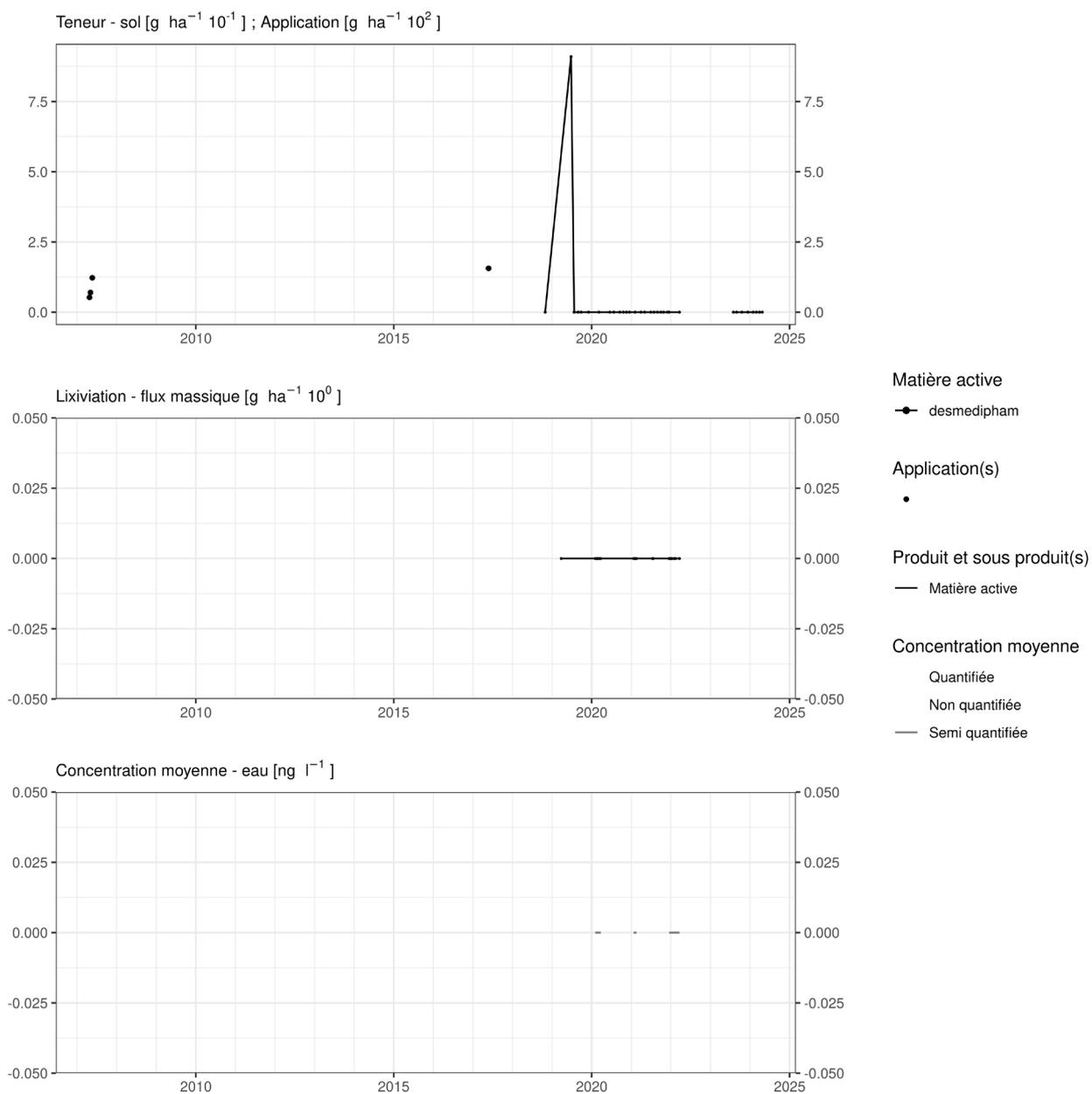
**Figure 96. Applications et suivi de la teneur en desmediphame dans la parcelle SR4.**



**Figure 97. Applications et suivi de la teneur en desmedipham dans la parcelle SR8.**



**Figure 98. Applications et suivi de la teneur en desmedipham dans la parcelle SR12.**



**Figure 99.** Applications et suivi de la teneur en desmediphame dans la parcelle SR16.

## 14.19 Difenoconazole

Le difenoconazole est un fongicide essentiellement utilisé sur culture de betterave ou pomme de terre dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### SOL

Cette molécule est suivie dans le sol depuis 2018 avec une LOQ de  $1.7 \mu\text{g.kg}^{-1}$  puis de  $0.3 \mu\text{g.kg}^{-1}$  depuis mai 2022. Son temps de demi-vie dans le sol est de 91.8 jours.

Quelques semaines après un traitement, les observations (figures 100 à 107) sont les suivantes :

- sur la parcelle Haute Bova, un apport d'un peu plus de  $100 \text{ g.ha}^{-1}$  en été 2020 conduit à une augmentation de la concentration dans le sol d'un peu plus de  $30 \text{ g.ha}^{-1}$ . Un apport d'un peu plus de  $100 \text{ g.ha}^{-1}$  en été 2022 conduit à une augmentation de la concentration dans le sol d'un peu plus de  $50 \text{ g.ha}^{-1}$ ;
- sur la parcelle Chemin de fer, un apport d'un peu moins de  $150 \text{ g.ha}^{-1}$  en été 2019 conduit à une augmentation de la concentration dans le sol d'un peu plus de  $100 \text{ g.ha}^{-1}$ ;
- sur la parcelle Bovenistier, un apport de  $100 \text{ g.ha}^{-1}$  en été 2019 a conduit à une augmentation d'une dizaine de  $\text{g.ha}^{-1}$  observée trois mois après le traitement. En 2020, un apport de  $125 \text{ g.ha}^{-1}$  conduit à une concentration équivalente un mois et demi après l'application ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, une application de  $125 \text{ g.ha}^{-1}$  en été 2021 conduit à une augmentation de la concentration dans le sol d'une vingtaine de  $\text{g.ha}^{-1}$  pour trois des quatre micro parcelles et d'une centaine de  $\text{g.ha}^{-1}$  pour la quatrième (SR12).

A court terme (quelques semaines), un apport d'une centaine de grammes de matière active par hectare engendre un résidu équivalent à quelques dizaines de gramme par hectare dans le sol, voire, dans deux des huit cas, à une (augmentation de) concentration dans le sol presque équivalente à l'apport.

Une ou plusieurs années après un traitement, les observations sont les suivantes :

- sur la parcelle Haute Bova, un apport d'un peu plus de  $50 \text{ g.ha}^{-1}$  en été 2018 conduit à une concentration dans le sol de moins de  $20 \text{ g.ha}^{-1}$  deux ans après le traitement. Les deux traitements ultérieurs (2020 et 2022) amènent des concentrations inférieures deux ans après le traitement ;
- sur la parcelle Chemin de fer, un apport d'un peu moins de  $125 \text{ g.ha}^{-1}$  en été 2014 conduit à une concentration dans le sol d'un peu plus de  $50 \text{ g.ha}^{-1}$  quatre ans après le traitement. Le traitement de  $80 \text{ g.ha}^{-1}$  réalisé en 2021 conduit à une concentration dans le sol de l'ordre de  $10 \text{ g.ha}^{-1}$  trois ans après le traitement ;
- sur la parcelle Bovenistier, deux apports d'environ  $120 \text{ g.ha}^{-1}$  réalisés en été 2012 et 2013 conduisent à une concentration de moins de  $10 \text{ g.ha}^{-1}$  six ans après l'apport. Un traitement similaire a été réalisé début 2021 avec le même constat en 2024 ;
- sur la parcelle Sole 4, un apport de  $95 \text{ g.ha}^{-1}$  en été 2017 conduit à une concentration d'une dizaine de grammes par hectare cinq ans après le traitement ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, une application d'un peu plus de  $100 \text{ g.ha}^{-1}$  ont été apportée au printemps 2017. Quatre ans plus tard, la concentration dans le sol est de l'ordre de  $10 \text{ g.ha}^{-1}$ .

A plus long terme (environ quatre ans après l'apport), la concentration dans le sol est décroissante et de l'ordre de  $10 \text{ g.ha}^{-1}$ , à l'exception de la parcelle Chemin de fer où la concentration (une seule observation) est de l'ordre de  $50 \text{ g.ha}^{-1}$  avec néanmoins un apport initial plus important.

## EAU

Cette molécule est suivie dans l'eau depuis 2018 avec une LOQ de  $0.05 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice GUS est de 0.83.

Cette matière active a été quantifiée régulièrement dans les échantillons d'eau collectés aux exutoires des huit lysimètres au cours de l'hiver-printemps 2023-2024 conduisant une concentration moyenne, au cours de cette période, de l'ordre d'une dizaine de  $\text{ng.L}^{-1}$ . Elle a également été détectée sporadiquement dans quelques lysimètres au cours des périodes précédente, sans engendrer une concentration moyenne supérieure à celle observée lors de l'hiver printemps 2023-2024.

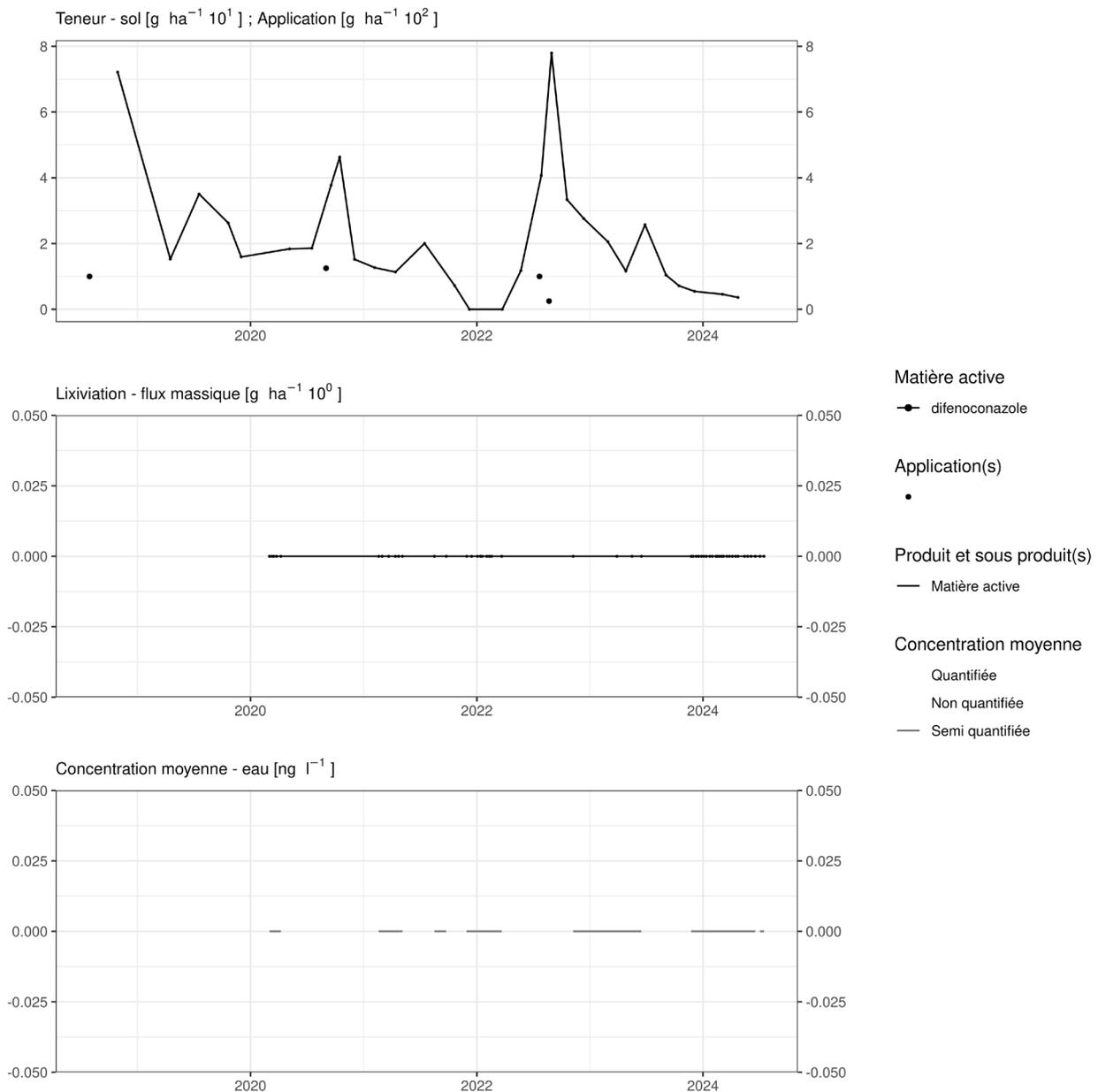
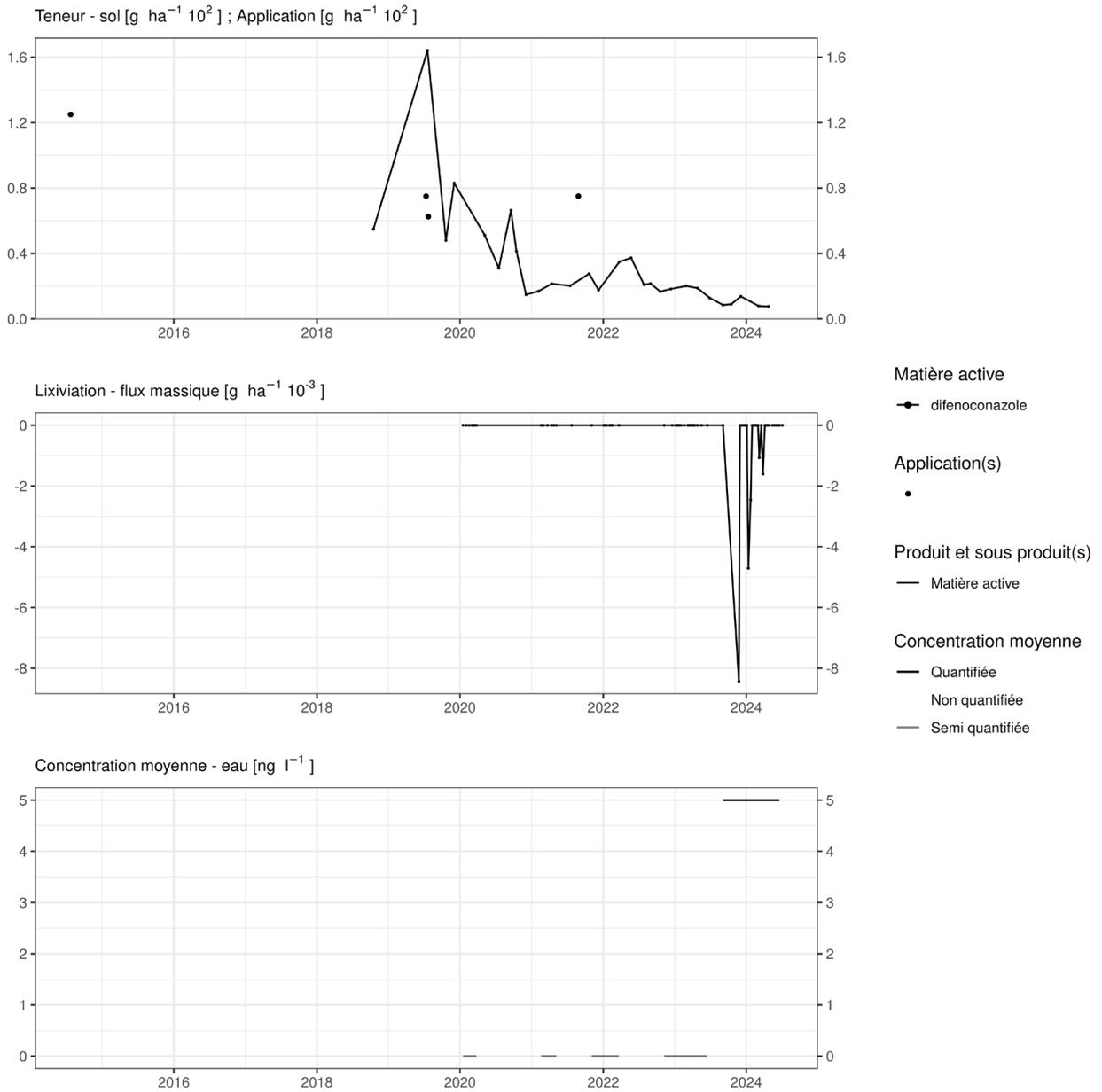
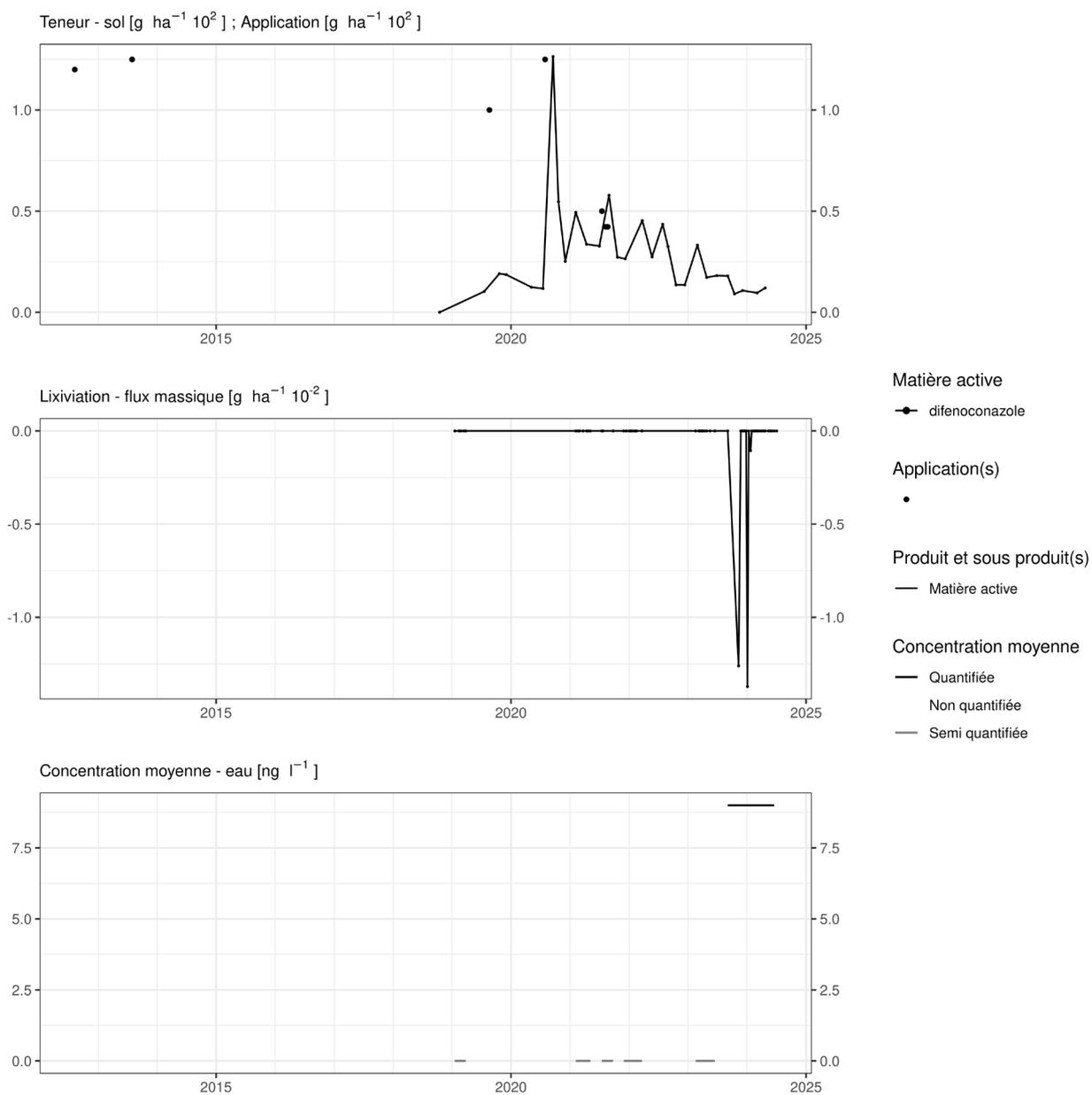


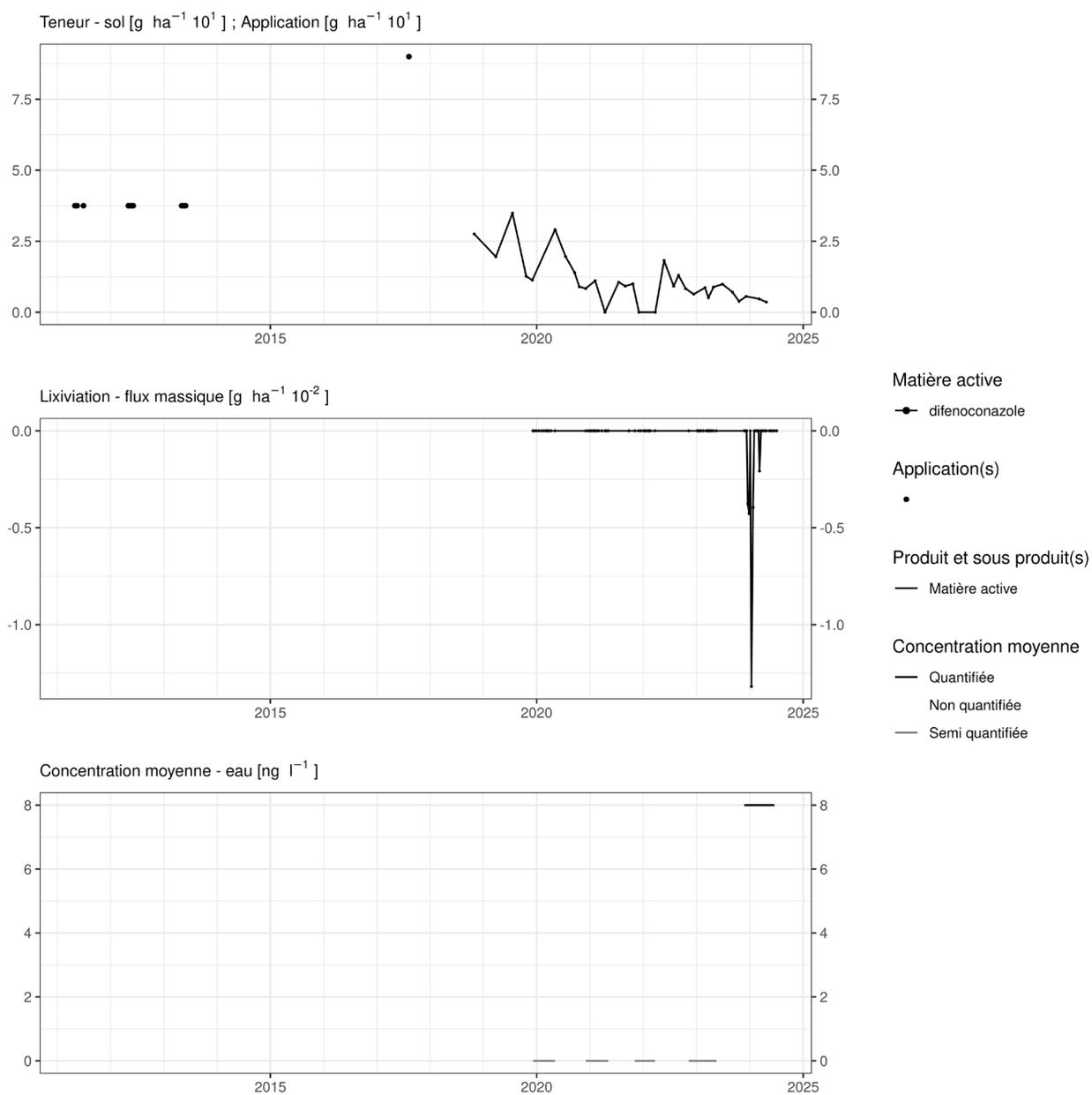
Figure 100. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle Haute Bova.



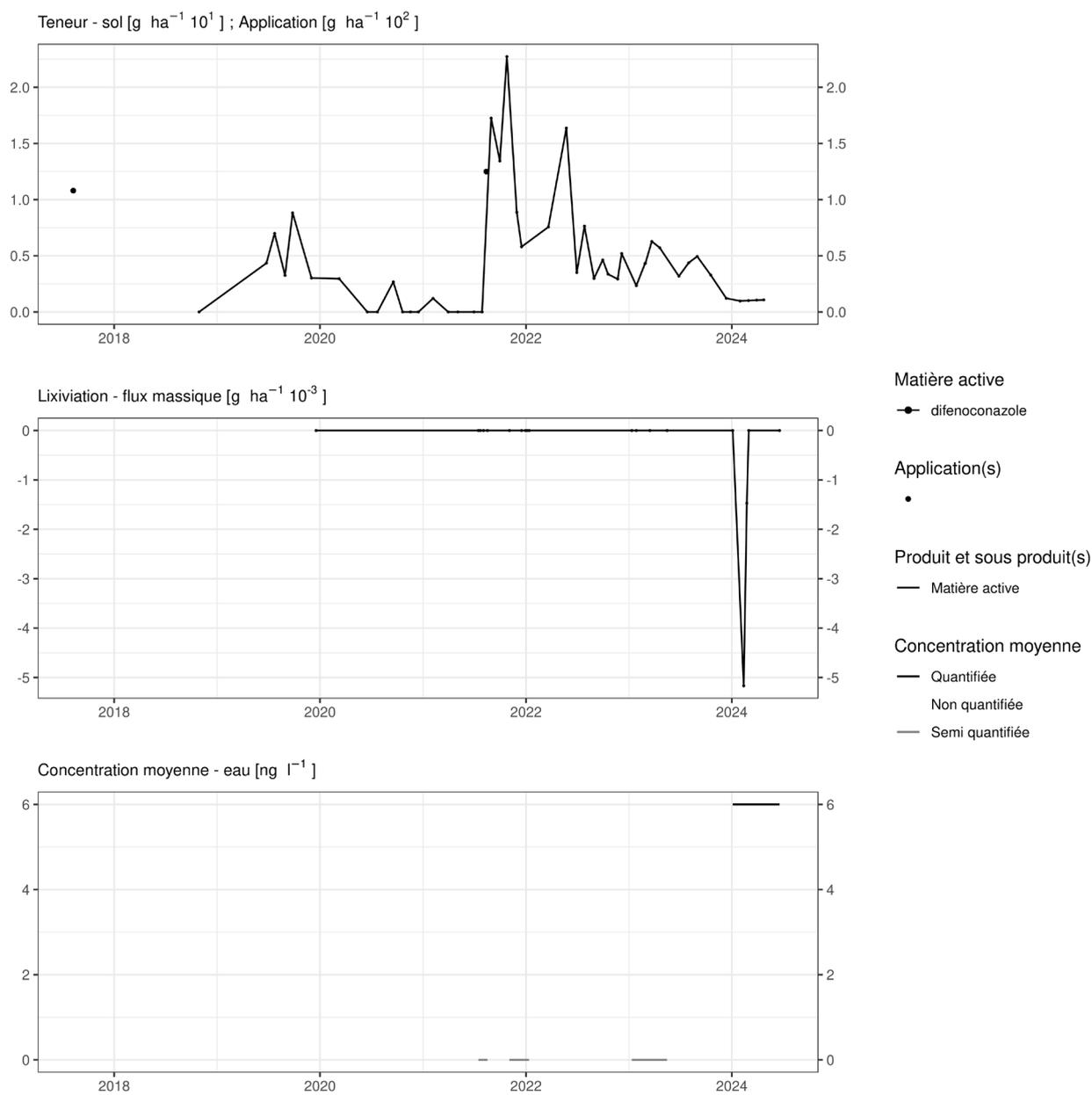
**Figure 101. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle Chemin de fer.**



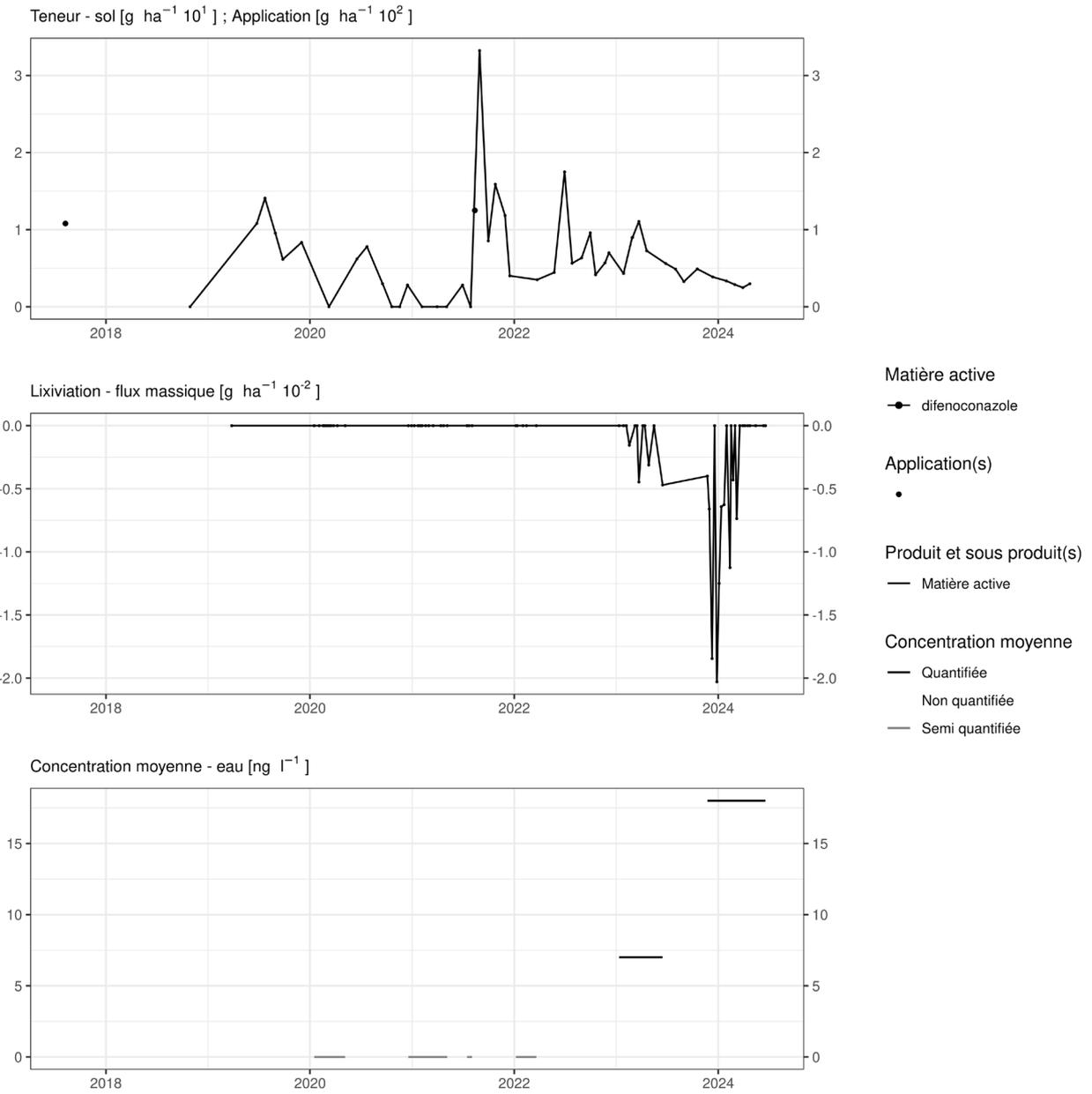
**Figure 102. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle Bovenistier.**



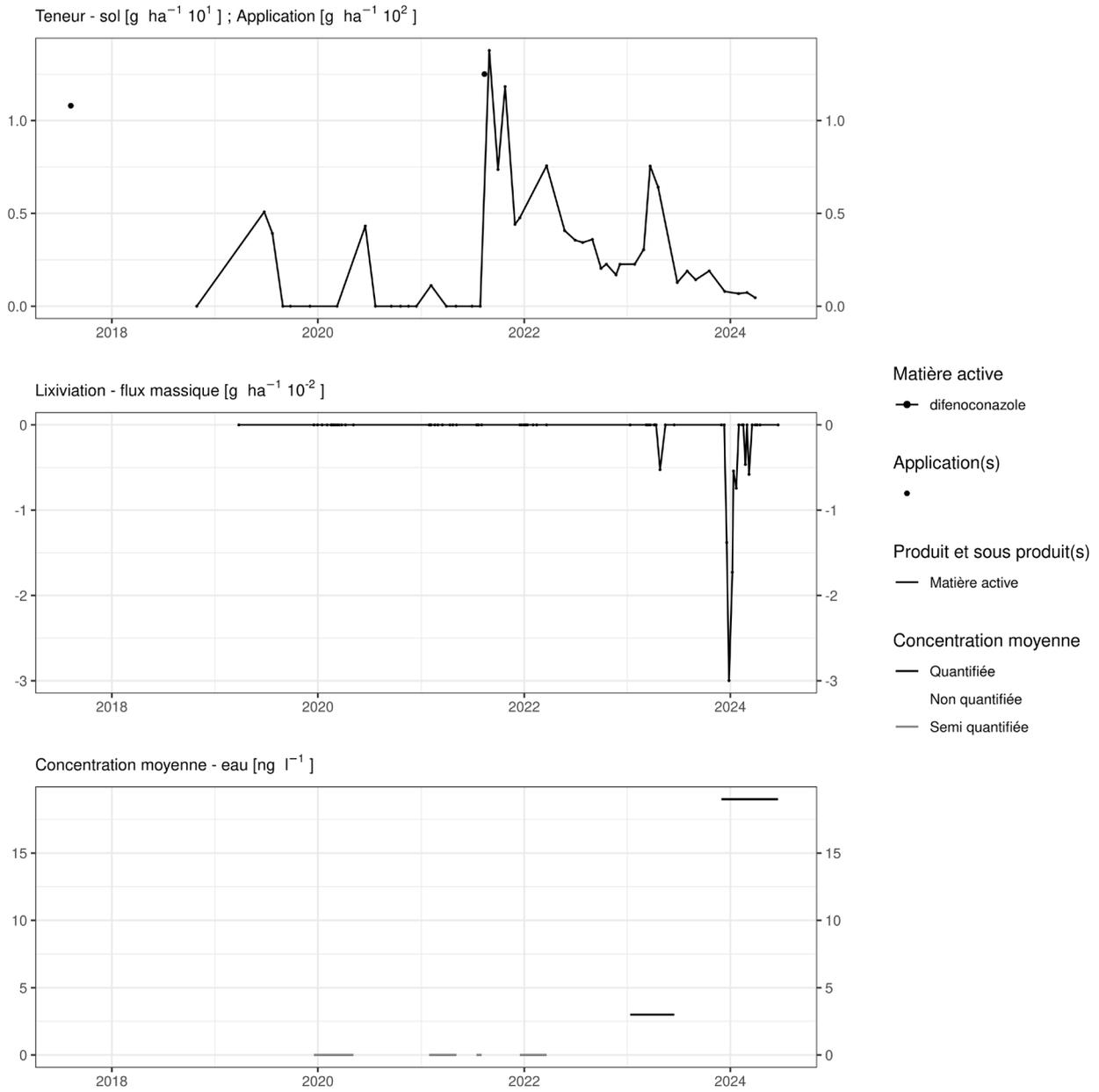
**Figure 103. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle Sole 4.**



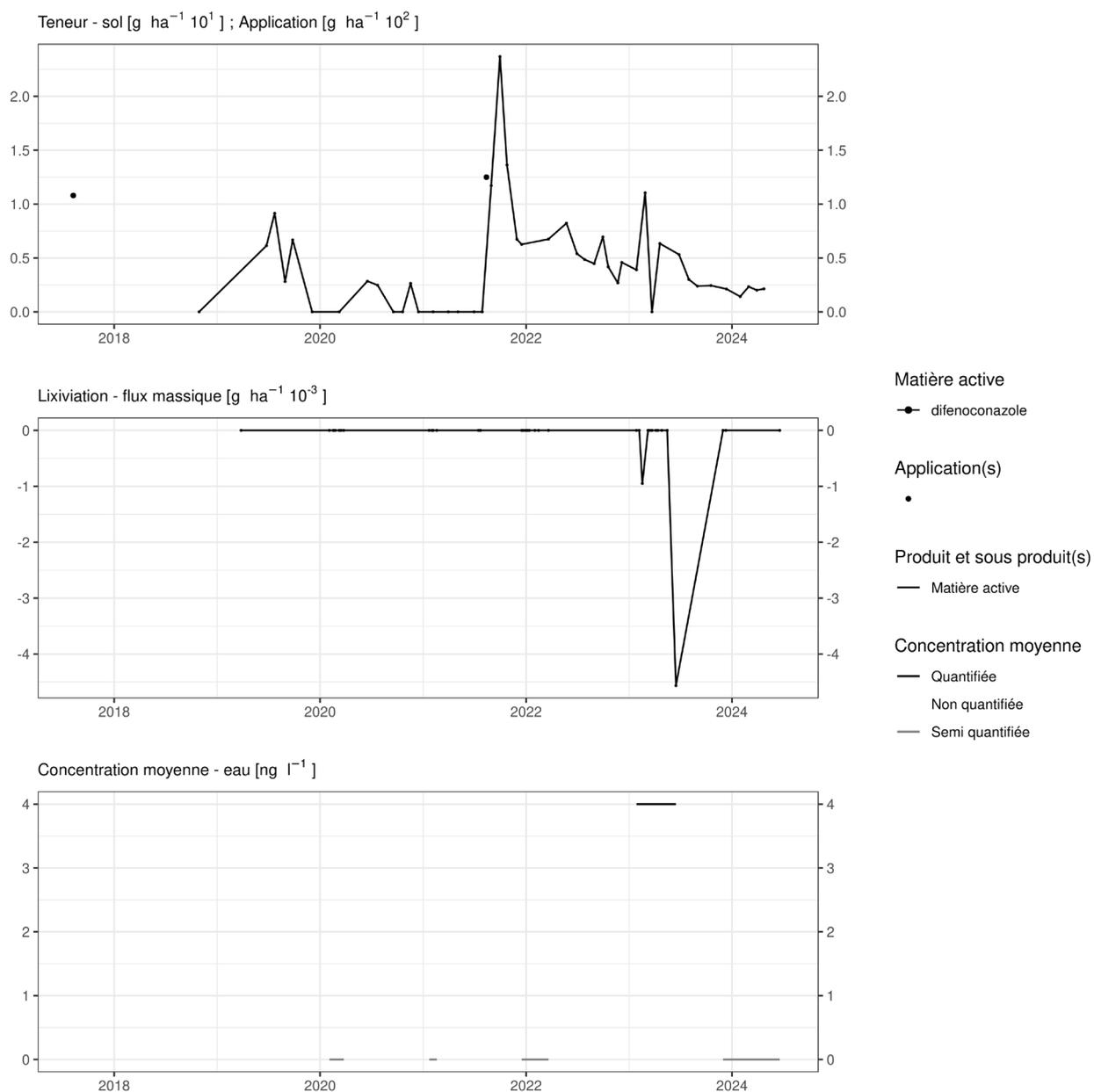
**Figure 104. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle SR4.**



**Figure 105. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle SR8.**



**Figure 106. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle SR12.**



**Figure 107. Applications et suivi de la teneur en difenoconazole dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des observations réalisées aux exutoires des lysimètres, il n'est pas prioritaire d'inscrire cette matière active dans le monitoring des eaux souterraines.

## 14.20 Dimethenamide-P

Le dimethanamide-P est un herbicide essentiellement utilisé sur culture de betterave dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### SOL

Cette matière active est suivie entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de 1  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  puis de septembre 2023 à avril 2024. Sa DT50 dans le sol est de 15.8 jours.

Quelques semaines après un traitement, les observations (figures 108 à 115) sont les suivantes :

- sur la parcelle Haute Bova, deux apports pour un total de 250  $\text{g.ha}^{-1}$  au printemps 2020 conduisent à une concentration dans le sol de 34  $\text{g.ha}^{-1}$  et un apport de 290  $\text{g.ha}^{-1}$  au printemps 2022 conduit à une concentration dans le sol de 110  $\text{g.ha}^{-1}$ ;
- sur la parcelle Chemin de fer, un apport de 145  $\text{g.ha}^{-1}$  au printemps 2022 conduit à une concentration de 23  $\text{g.ha}^{-1}$  ;
- sur la parcelle Bovenistier, deux apports pour un total d'un peu plus de 500  $\text{g.ha}^{-1}$  au printemps 2019 conduisent à une concentration de 45  $\text{g.ha}^{-1}$ . En été 2023, un apport de 180  $\text{g.ha}^{-1}$  conduit à une concentration de l'ordre de 10  $\text{g.ha}^{-1}$ ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, un apport d'un peu plus de 500  $\text{g.ha}^{-1}$  au printemps 2021 conduit à une concentration dans le sol d'environ 30  $\text{g.ha}^{-1}$ . Un apport de 300  $\text{g.ha}^{-1}$  au printemps 2023 conduit à une concentration dans le sol également d'environ 30  $\text{g.ha}^{-1}$ .

Quelques mois après un traitement, les observations sont les suivantes :

- sur la parcelle Haute Bova, les apports réalisés aux printemps 2018, 2020 et 2022 ne sont plus décelés dans les analyses de sol ;
- sur la parcelle Bovenistier, les apports réalisés au printemps 2019 et 2023 ne sont plus décelés dans les analyses de sol ;
- Sur la parcelle Chemin de fer, les apports réalisés aux printemps 2022 et 2023 sont décelés dans le sol à une concentration de 5  $\text{g.ha}^{-1}$ ;
- sur la parcelle Sole 4, les deux apports réalisés au printemps 2017 ne sont pas décelés dans les analyses de sol réalisées à partir de l'automne 2018;
- sur les parcelles Sol-Résidus, l'apport réalisé au printemps 2017 n'est pas décelé dans les analyses de sol réalisées à partir de l'automne 2018.

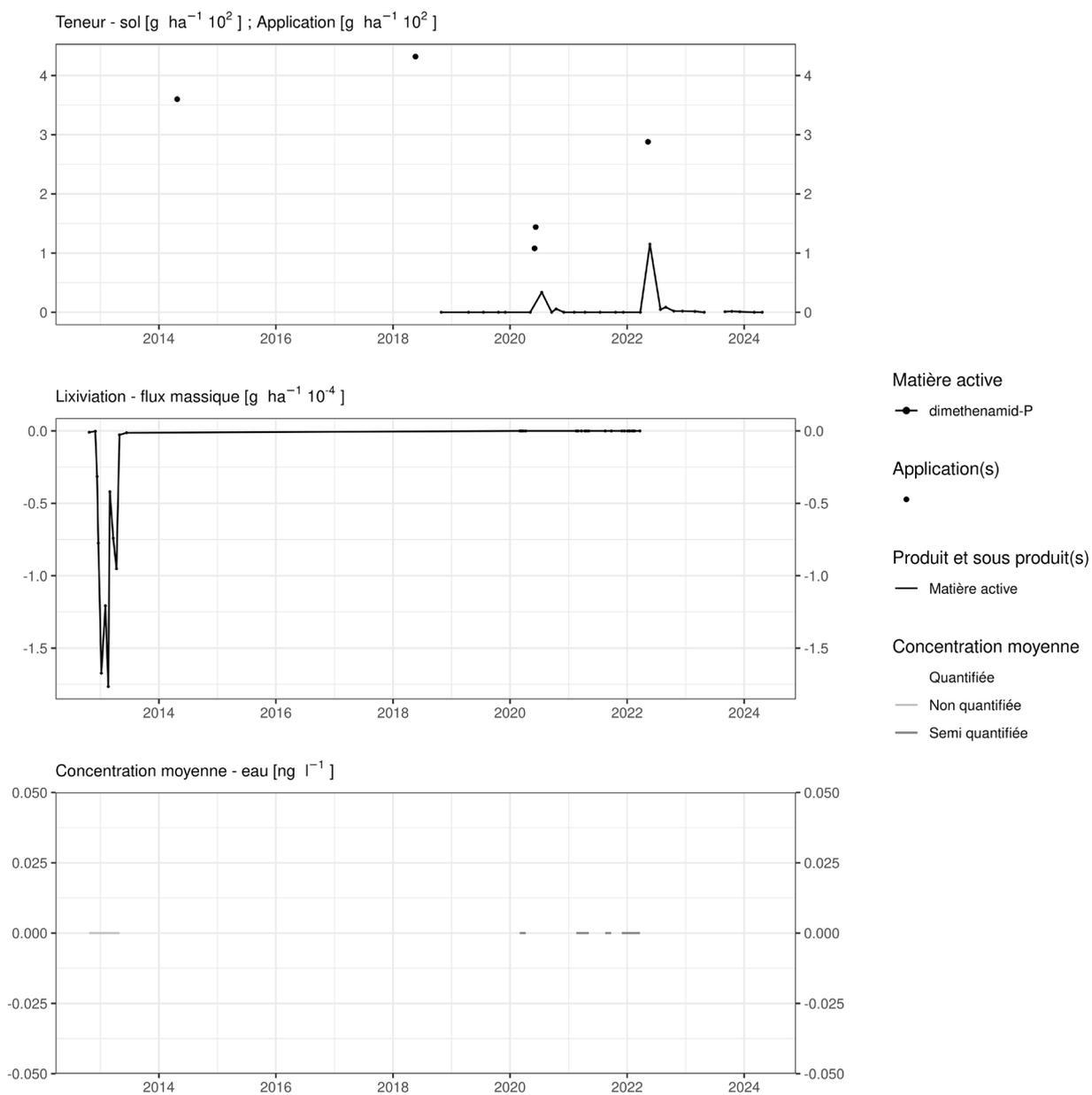
Cette matière active est donc rapidement dégradée dans le sol.

### EAU

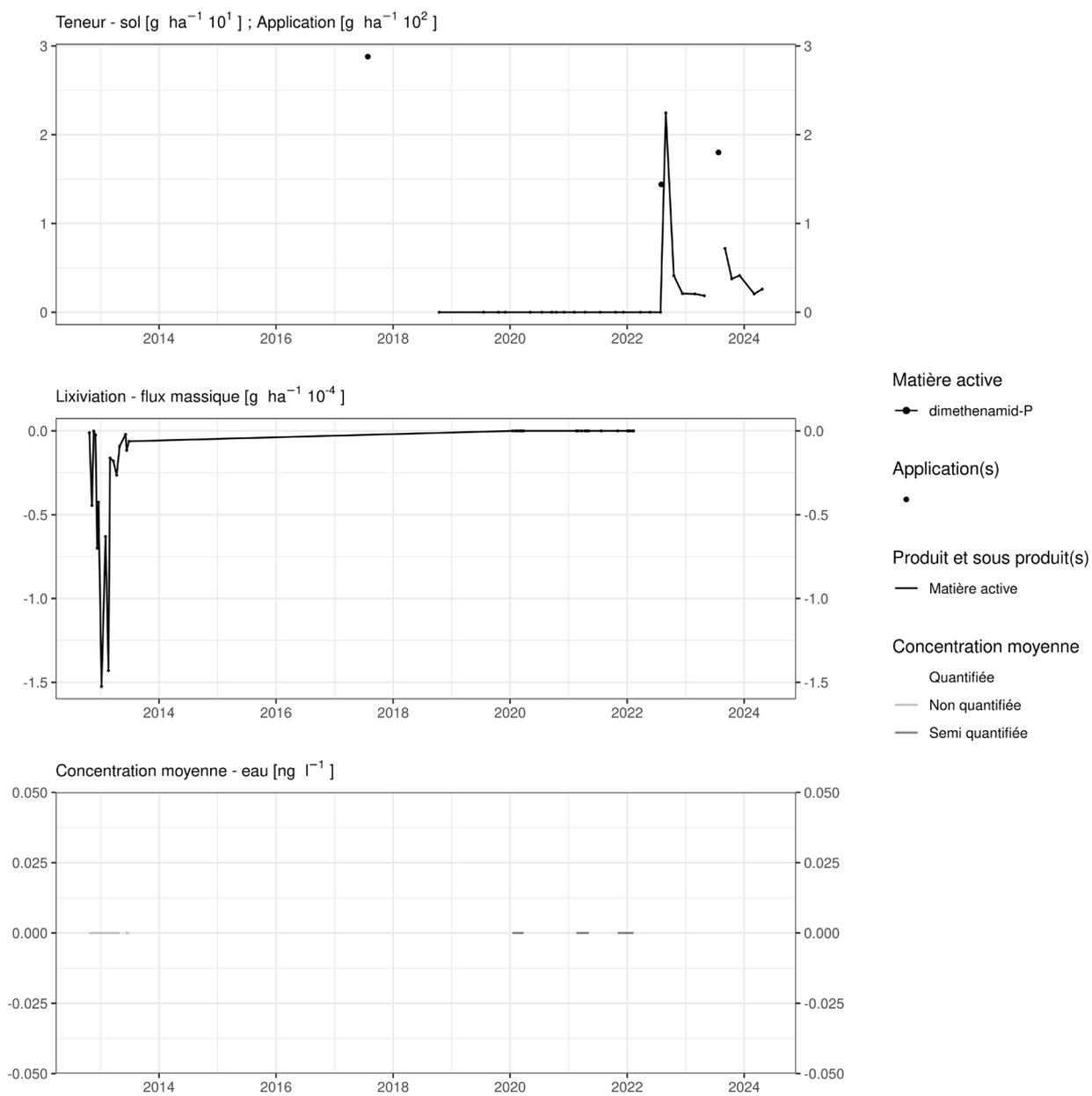
Dans l'eau cette molécule a été suivie entre 2018 et mai 2022 à une LOQ de 0.04  $\mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice de lixiviation GUS est de 1.97.

Cette matière active a sporadiquement été observée dans les échantillons d'eau collectés aux exutoires de trois lysimètres de la parcelle Sol-Résidus : les flux étaient compris entre 0,004  $\text{g.ha}^{-1}$  et 0,09  $\text{g.ha}^{-1}$ ; soit au maximum 0,02% de la quantité apportée.

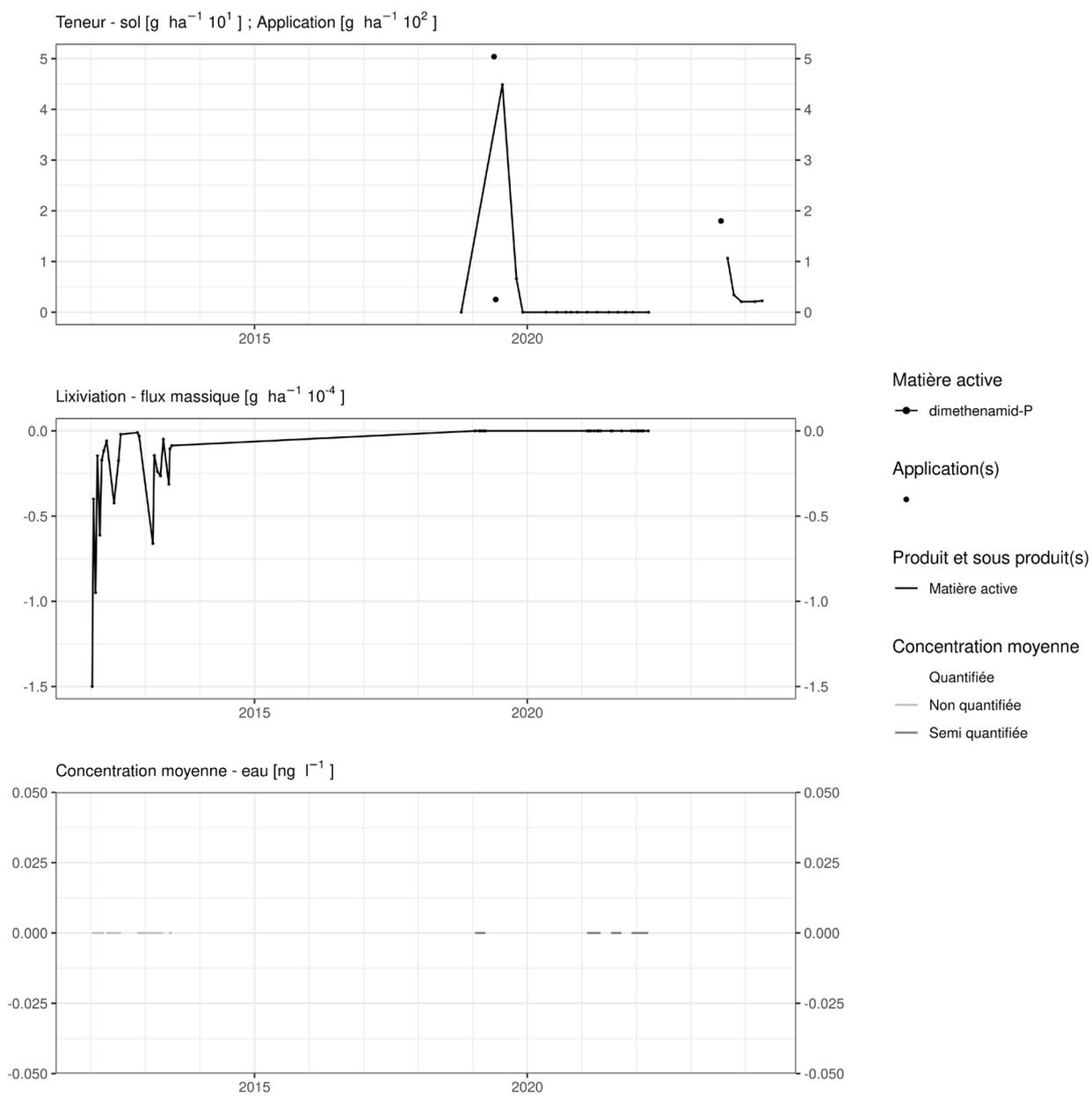
Sur les parcelles de Hesbaye, elle n'a jamais été détectée au de-là de la LOQ dans les échantillons d'eau collectés aux exutoires des lysimètres.



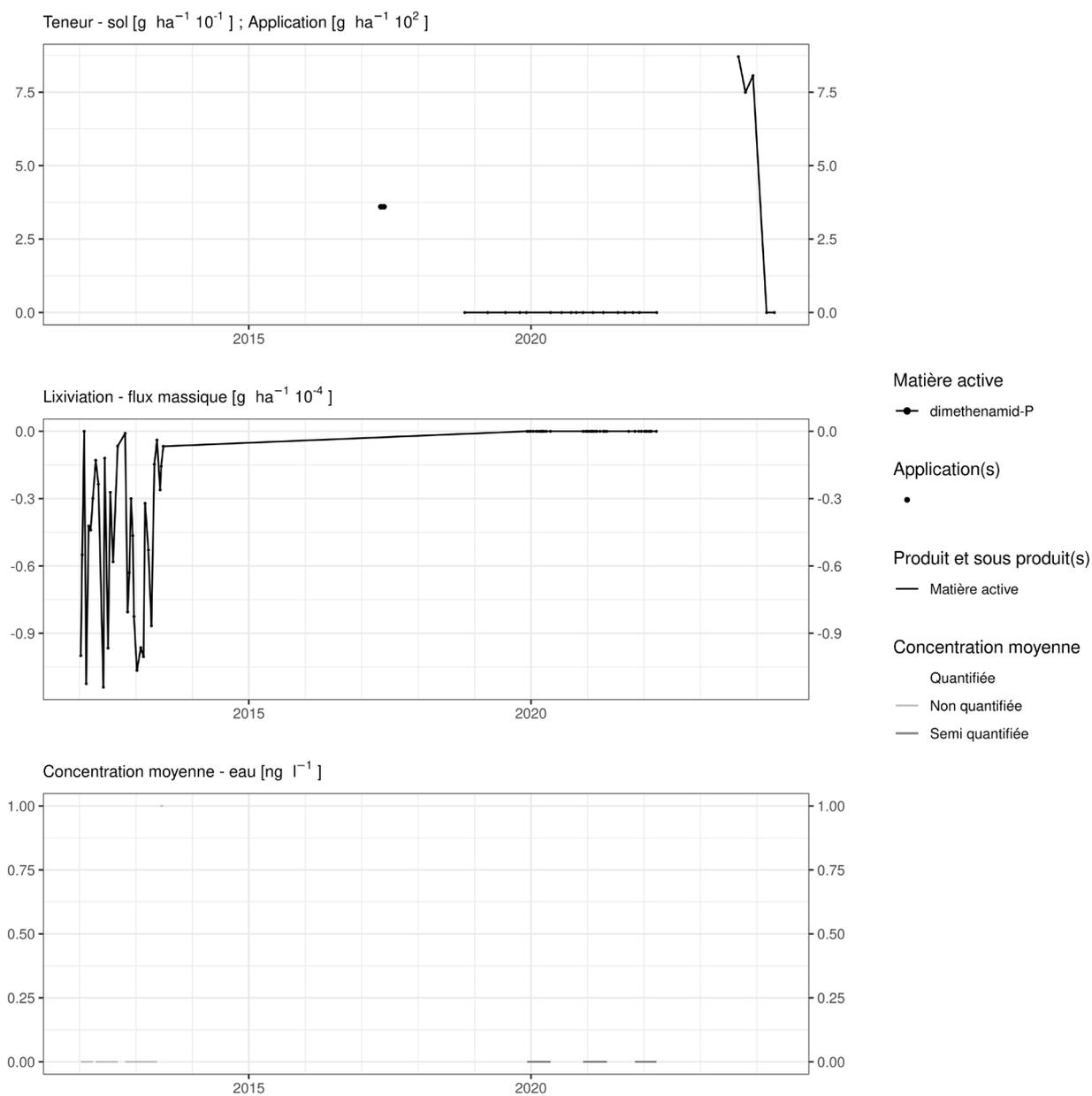
**Figure 108. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle Haute Bova.**



**Figure 109. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle Chemin de fer.**



**Figure 110. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 111. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle Sole 4.**

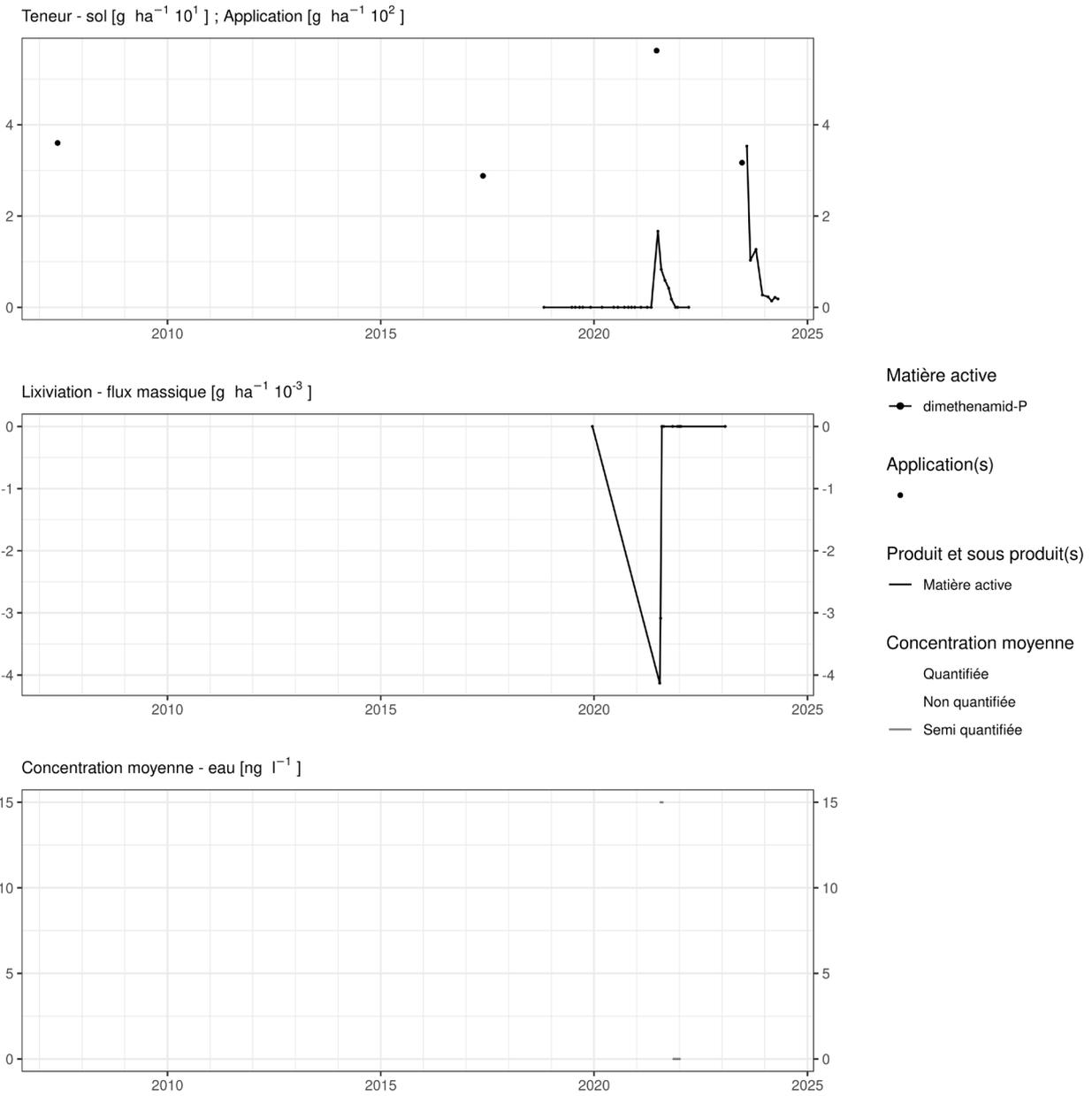
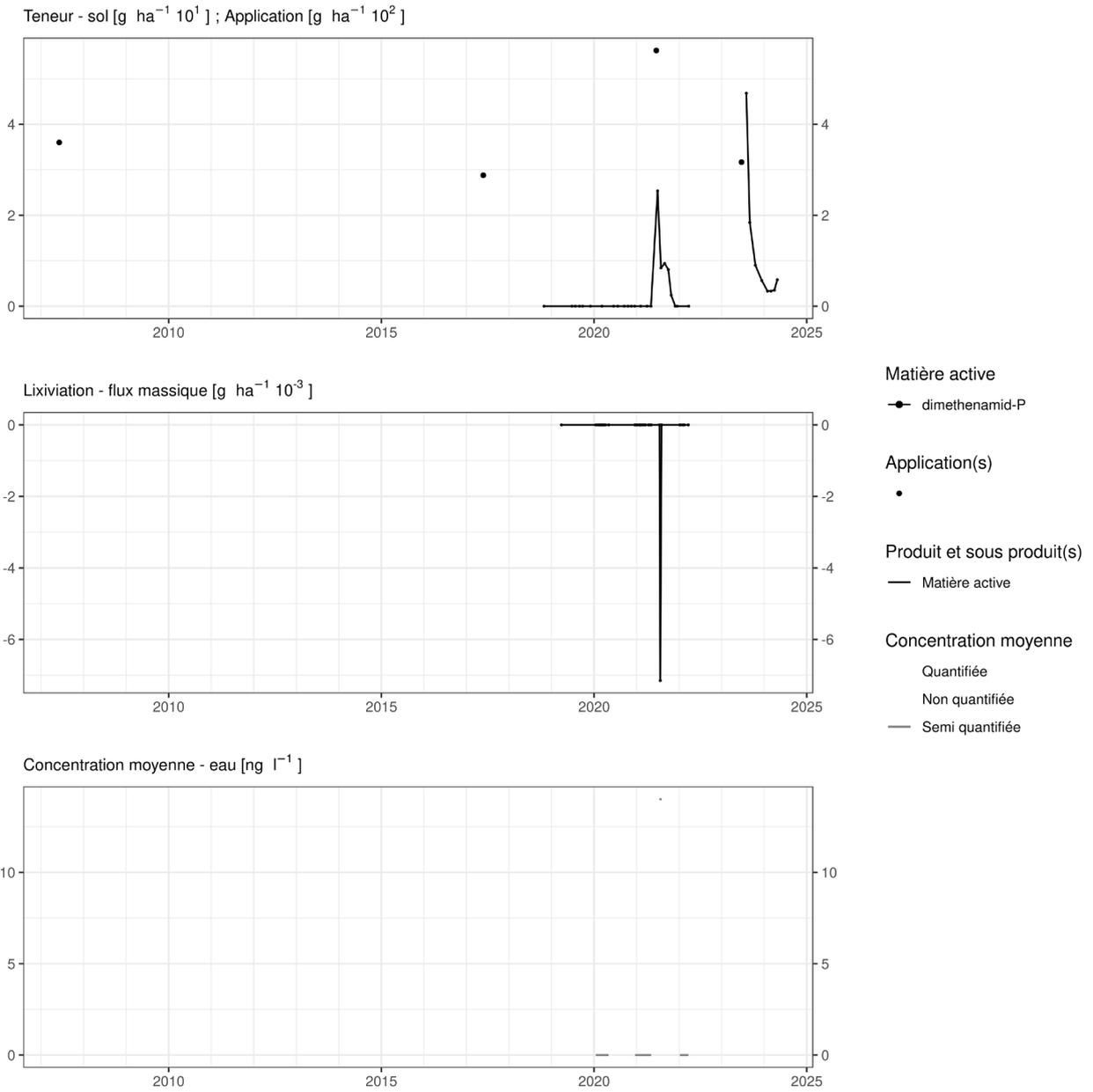
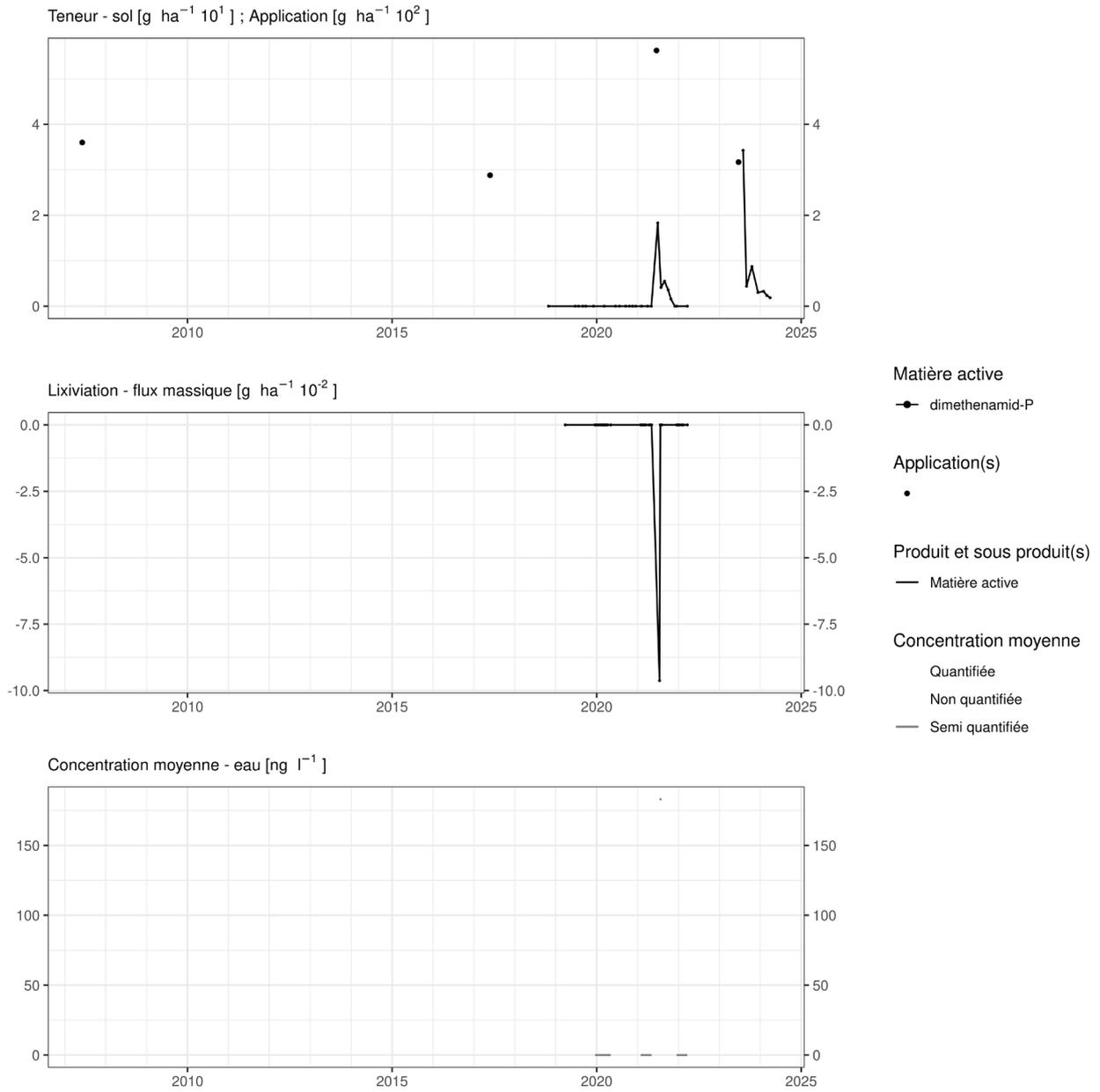


Figure 112. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle SR4.



**Figure 113. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle SR8.**



**Figure 114. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle SR12.**

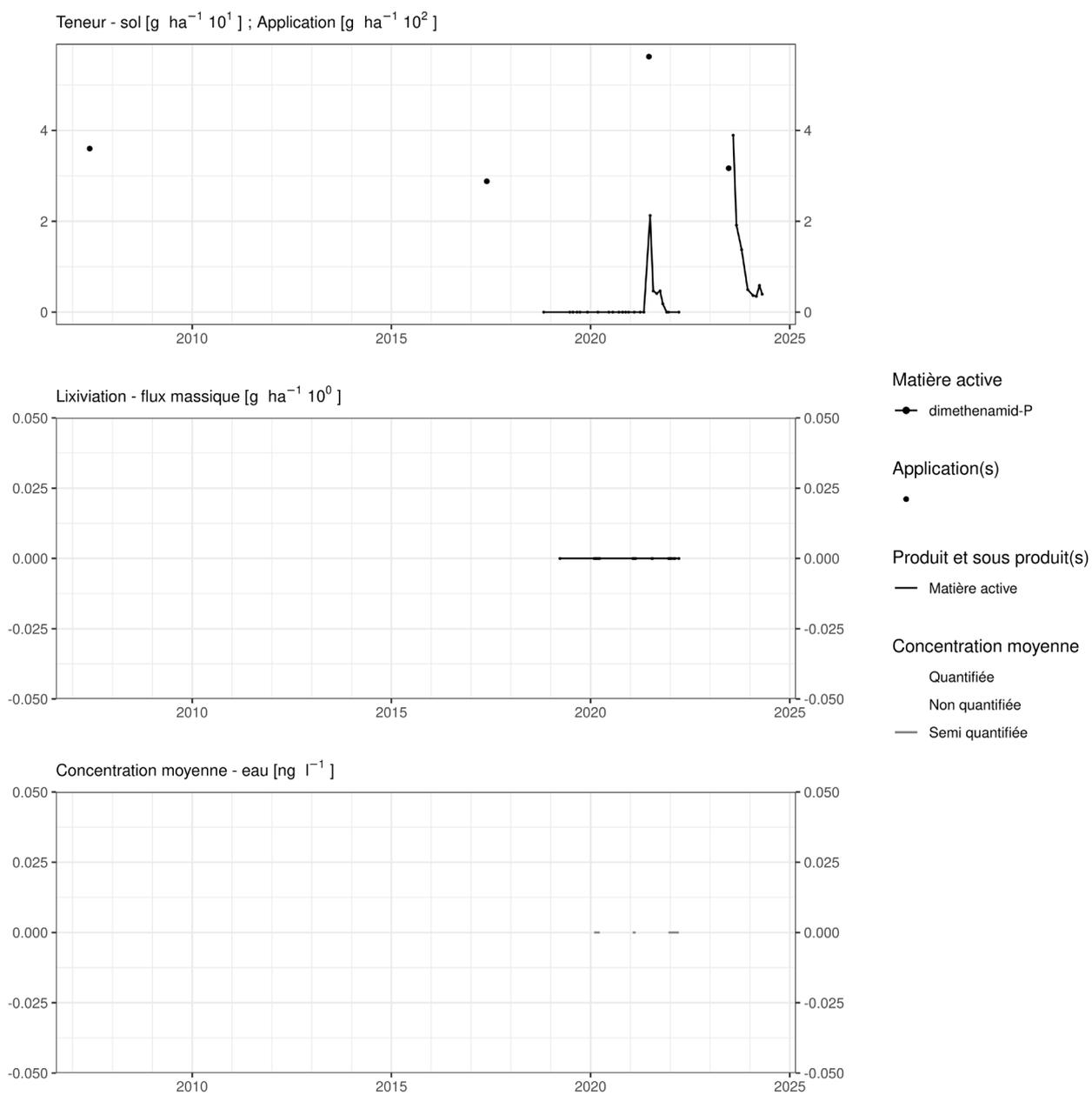


Figure 115. Applications et suivi de la teneur en dimethanamide dans la parcelle SR16.

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines. A deux exceptions près, les 548 points d'observation présentent une concentration moyenne inférieure à 10 ng.L<sup>-1</sup>.

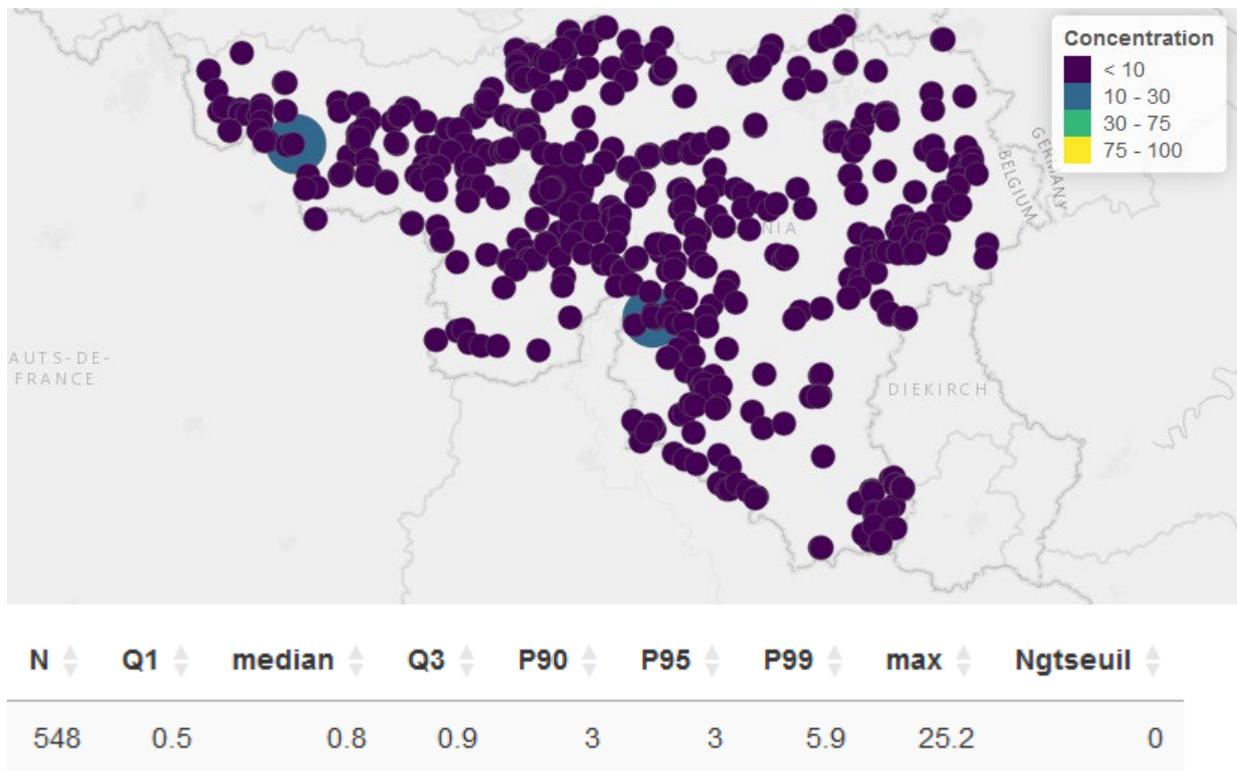


Figure 116. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en dimethanamide observées dans les eaux souterraines.

## 14.21 Epoxiconazole

L'epoxiconazole est un fongicide essentiellement utilisé sur culture de froment dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### SOL

Cette molécule est suivie depuis 2018 avec une LOQ de 1.2  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  puis 0.5  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  à partir de mai 2022. Son temps de demi-vie dans le sol est de 97.7 jours.

Quelques semaines après un traitement, les observations (figures 117 à 124) sont les suivantes :

- sur la parcelle Chemin de fer, un apport d'un peu moins de 90  $\text{g.ha}^{-1}$  au printemps 2020 conduit à une augmentation équivalente de la concentration dans le sol ;

Une ou plusieurs années après un traitement, les observations sont les suivantes :

- sur la parcelle Chemin de fer, deux apports d'environ 100  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisés au printemps 2012 conduisent à une concentration dans le sol de l'ordre de 100  $\text{g.ha}^{-1}$  cinq ans après les traitements ;
- sur la parcelle Bovenistier, un apport d'environ 85  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé en 2015 conduit à une concentration de moins de 10  $\text{g.ha}^{-1}$  cinq ans après l'apport ;
- sur la parcelle Sole 4, deux apports réalisés en 2017 et 2018 pour un total de 140  $\text{g.ha}^{-1}$  conduisent à une concentration d'une trentaine de grammes par hectare quatre-cinq ans après les traitements ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, cinq applications d'environ 100  $\text{g.ha}^{-1}$  ont été réalisées tous les deux ans entre 2006 et 2016. Cinq ans après le dernier traitement, la concentration dans le sol est de l'ordre de 100  $\text{g.ha}^{-1}$ .

A plus long terme (environ quatre ans après l'apport), la concentration résiduelle dans le sol dépend fortement de la fréquence d'apport : si celle-ci est faible (un seul apport en quelques années), la concentration dans le sol est environ dix fois moindre que l'apport (Bovenistier). A l'inverse, si les apports sont fréquents (Sol-Résidus), la concentration dans le sol est équivalente au « dernier » apport. Des situations intermédiaires se rapprochent tantôt du premier cas de figure (Sole 4), tantôt du second (Chemin de fer).

## EAU

Cette matière active est suivie depuis 2018 avec une LOQ de  $0.05 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice GUS de lixiviation est de 2.09.

Cette matière active a sporadiquement été observée dans les échantillons d'eau collectés aux exutoires des huit lysimètres :

- sur la parcelle Haute Bova, des flux de quelques centièmes de grammes par hectare ont été observés entre 2015 et 2017. Les concentrations associées à ces flux étaient de l'ordre de la trentaine de nanogrammes par litre. En 2021, cette substance a été détectée dans trois des dix échantillons d'eau collectés, correspondant à un flux total de  $0,02 \text{ g.ha}^{-1}$  (à mettre en relation avec les  $80 \text{ g.ha}^{-1}$  appliqués entre 2017 et 2018, voire une partie des applications antérieures). Au cours de l'hiver-printemps 2023-2024 très pluvieux, la concentration d'un échantillon d'eau a atteint  $2200 \text{ ng.L}^{-1}$ . Cette matière active n'a pas été détectée ou détectée à une concentration inférieure à la LOQ au cours de cette période de lixiviation. Ce seul échantillon a engendré une concentration moyenne de l'ordre de  $150 \text{ ng.L}^{-1}$  ;
- sur la parcelle Chemin de fer, contrairement à la parcelle Haute Bova, aucun flux n'a été observé au cours de la période 2015-2017. En 2022, un flux d'un peu plus de  $0,02 \text{ g.ha}^{-1}$  a été observé à l'exutoire. Ce flux a conduit à une concentration moyenne de l'ordre de  $20 \text{ ng.L}^{-1}$  ;
- sur les parcelles Bovenistier, Sole 4 et Sol-Résidus, une concentration moyenne de l'ordre de quelques  $\text{ng.L}^{-1}$  a été mesurée au cours des hiver 2021-2022 et 2023-2024 ;

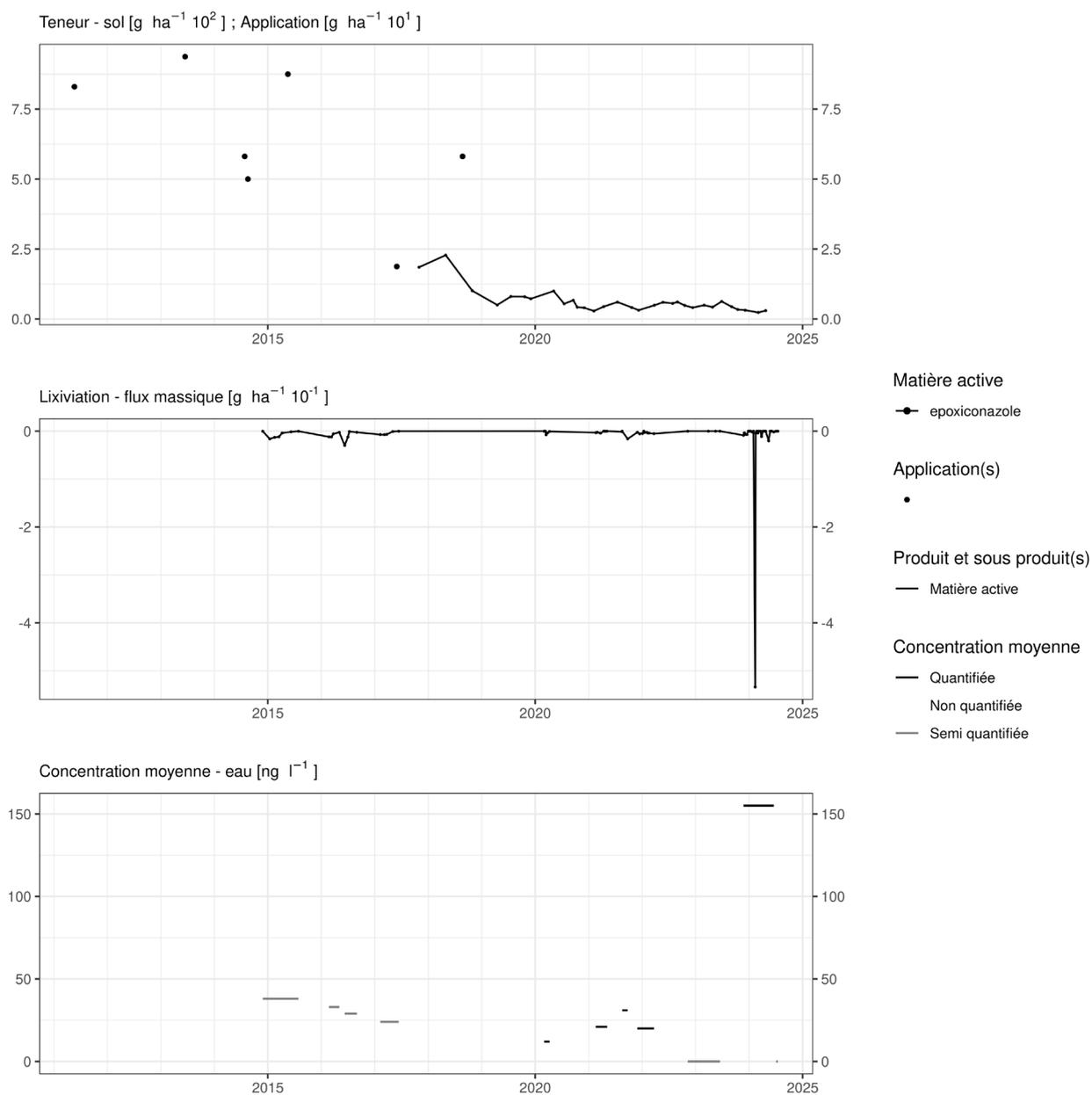


Figure 117. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle Haute Bova.

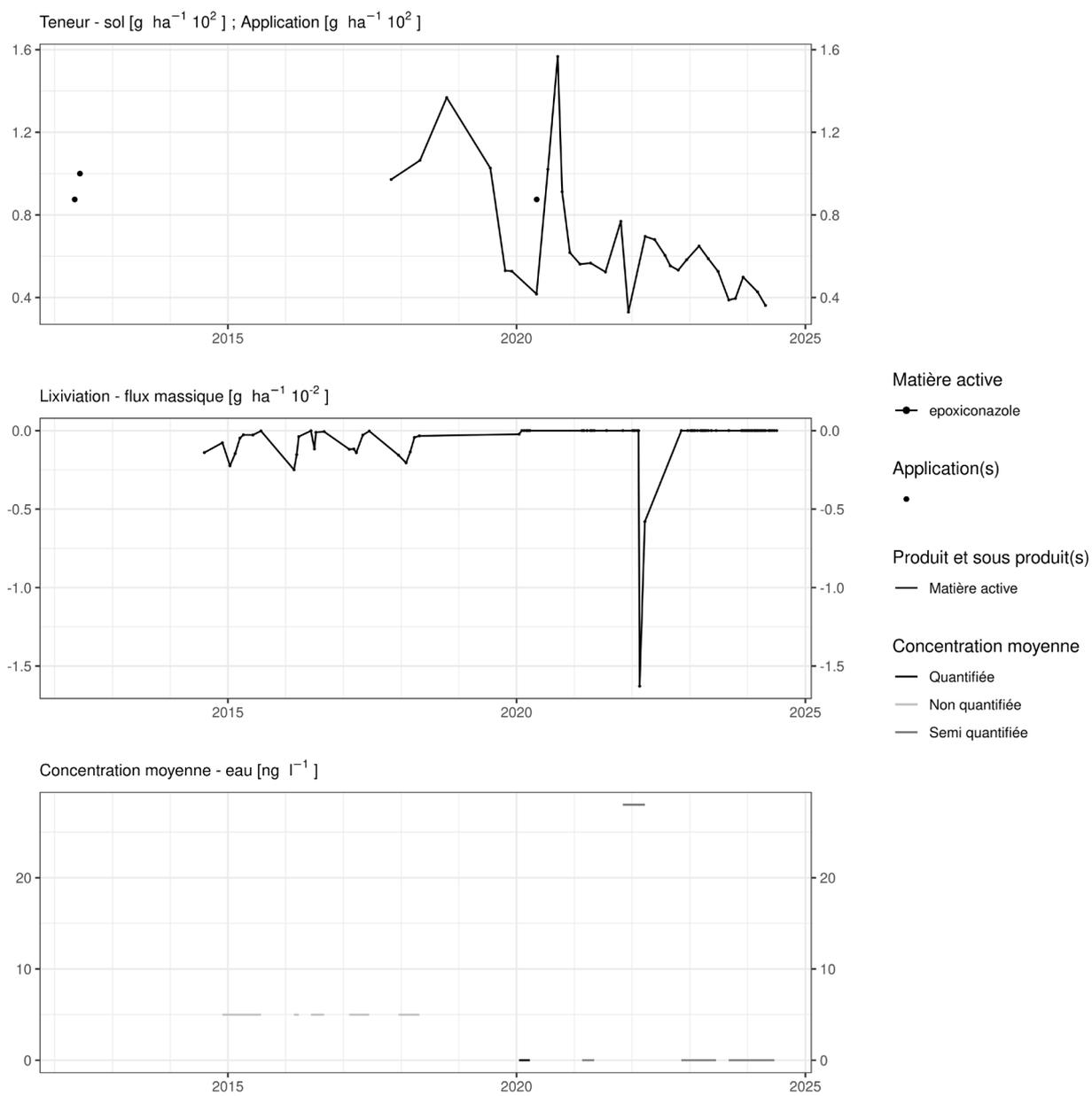
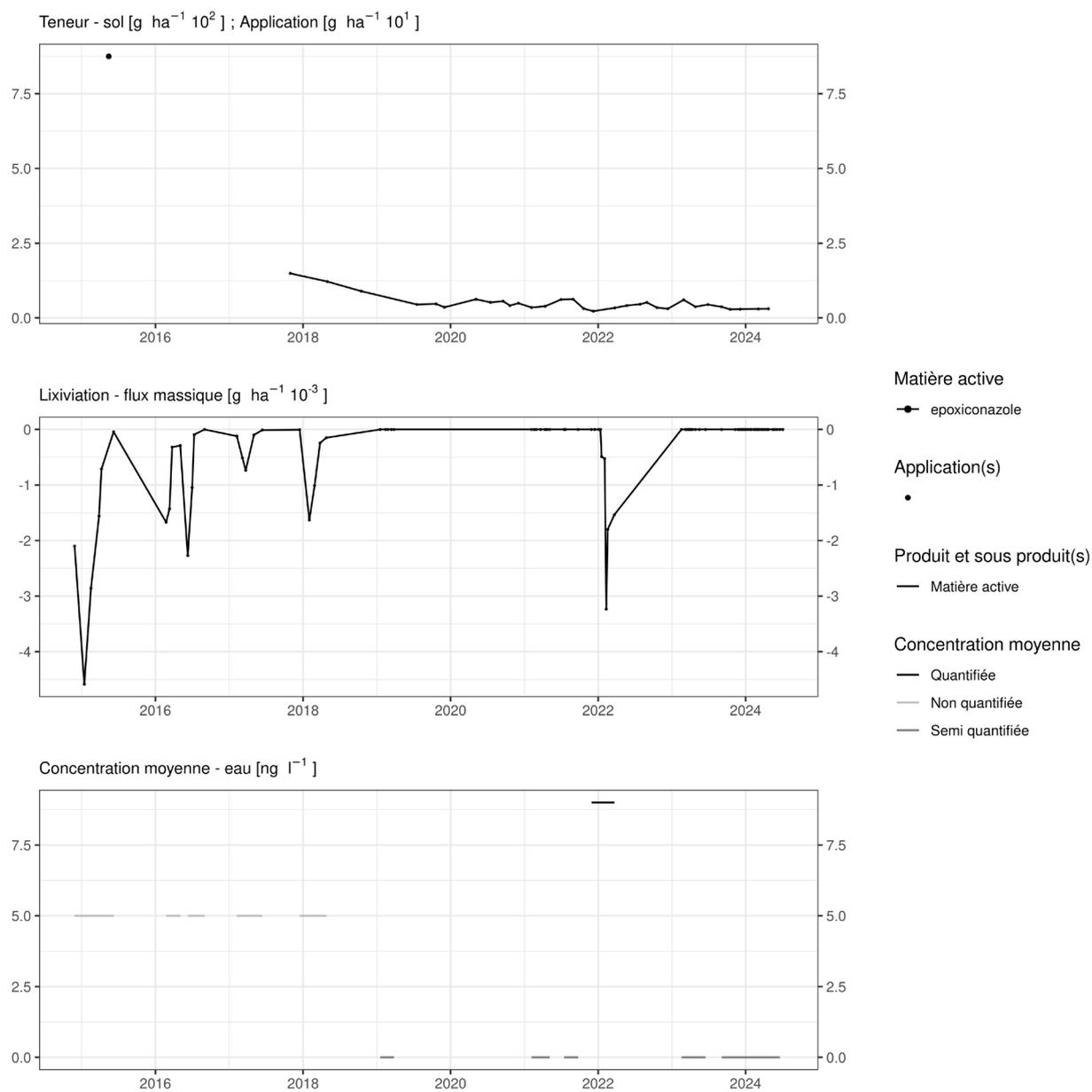
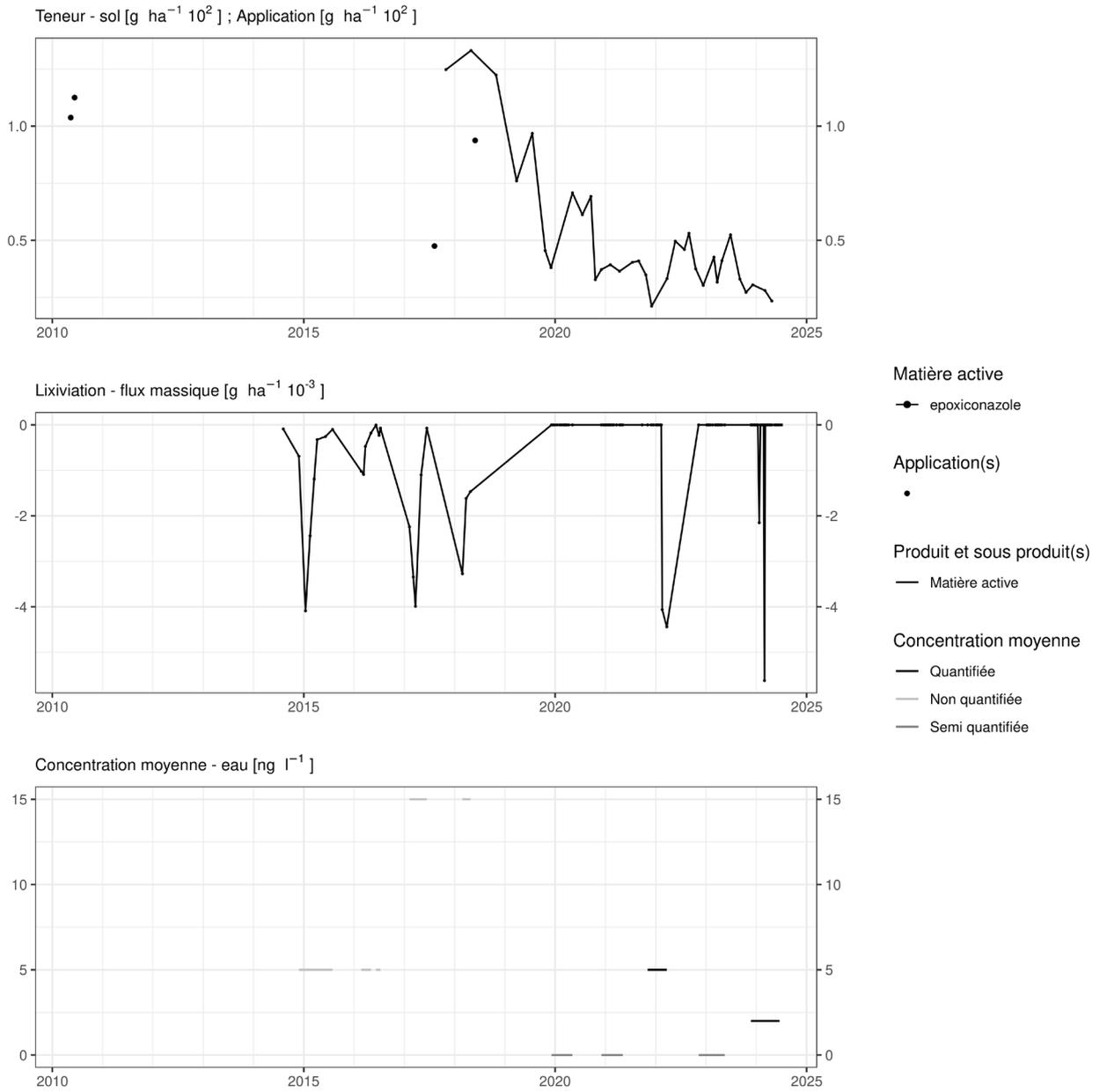


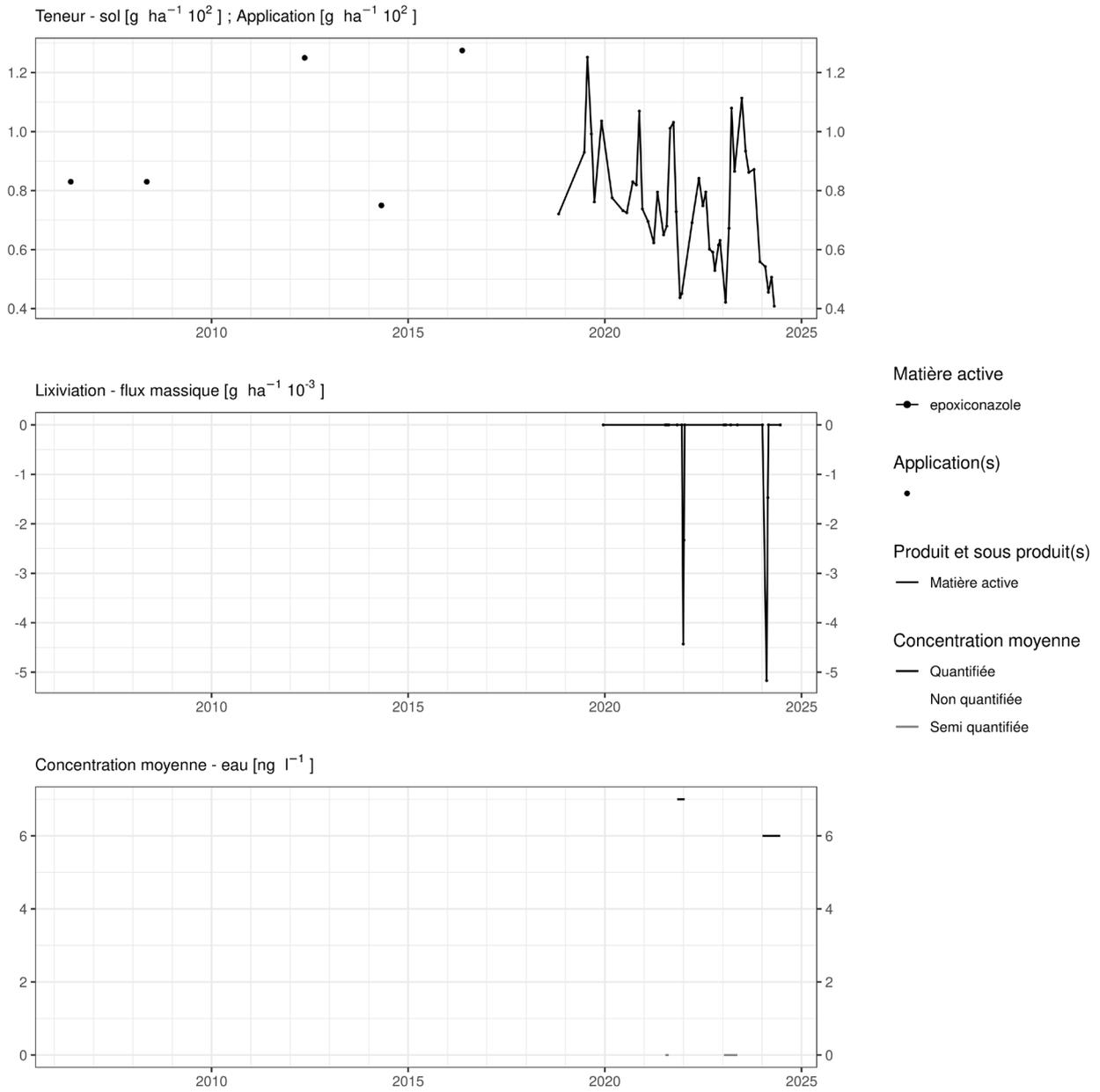
Figure 118. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle Chemin de fer.



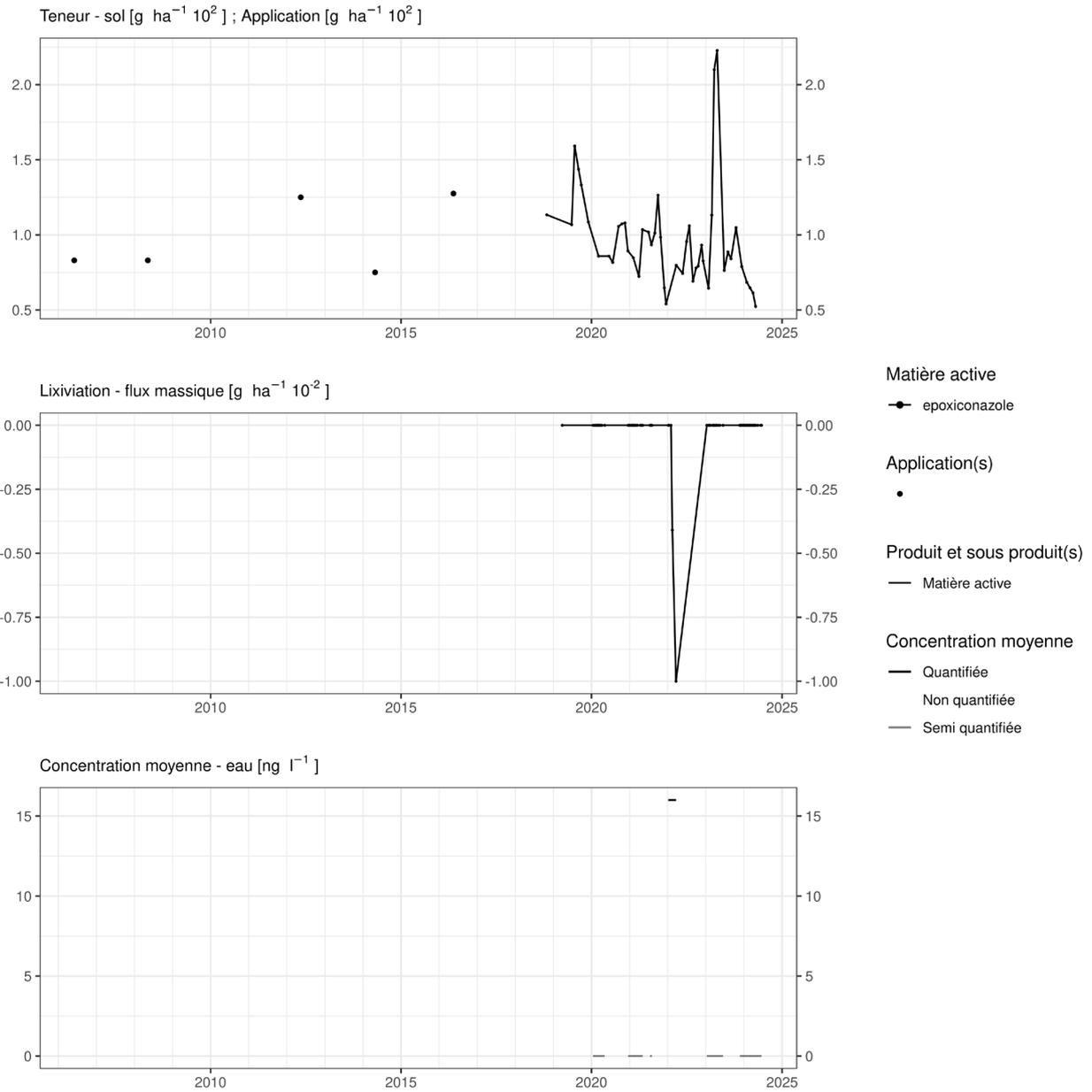
**Figure 119. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle Bovenistier.**



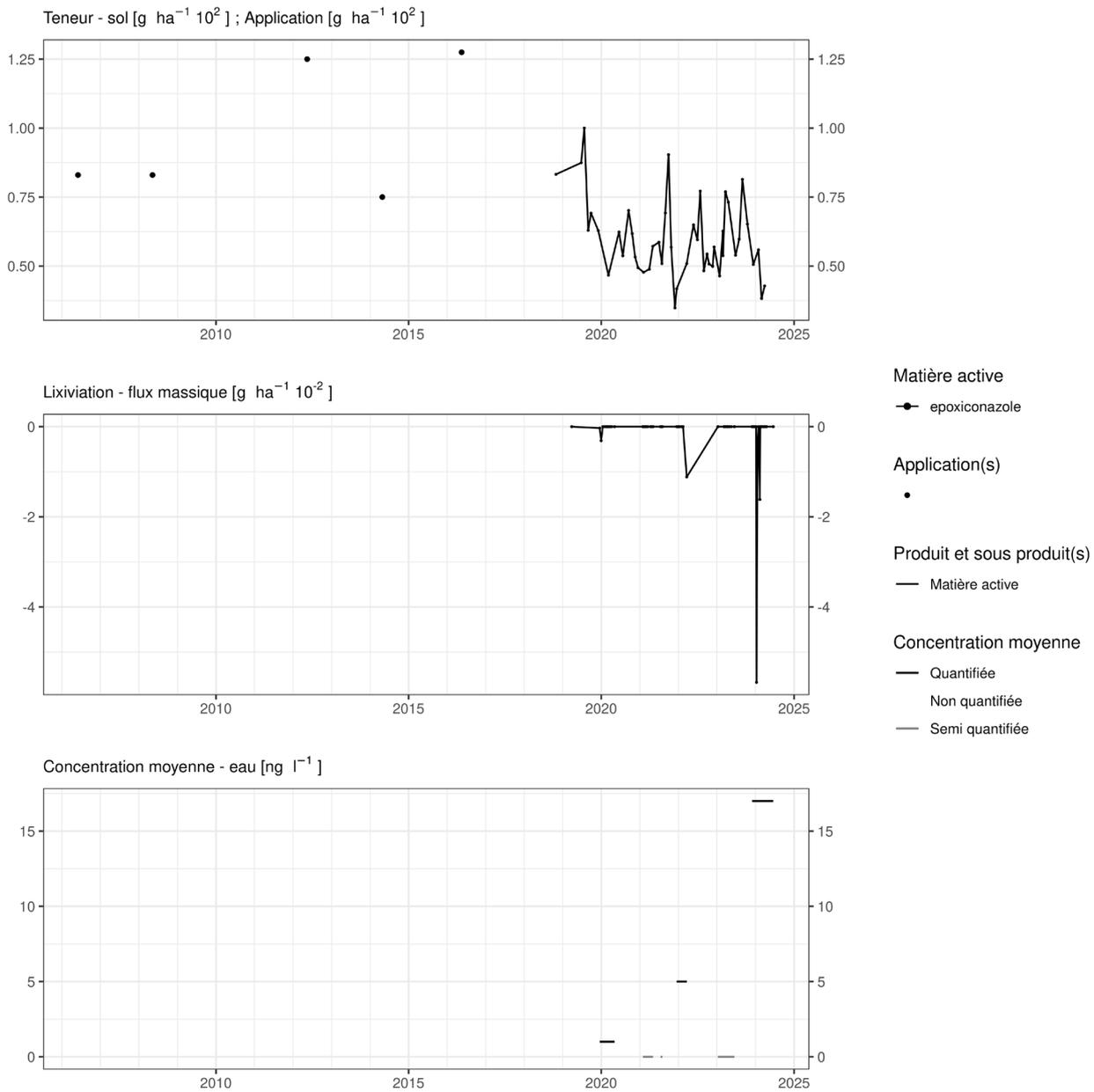
**Figure 120. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle Sole 4.**



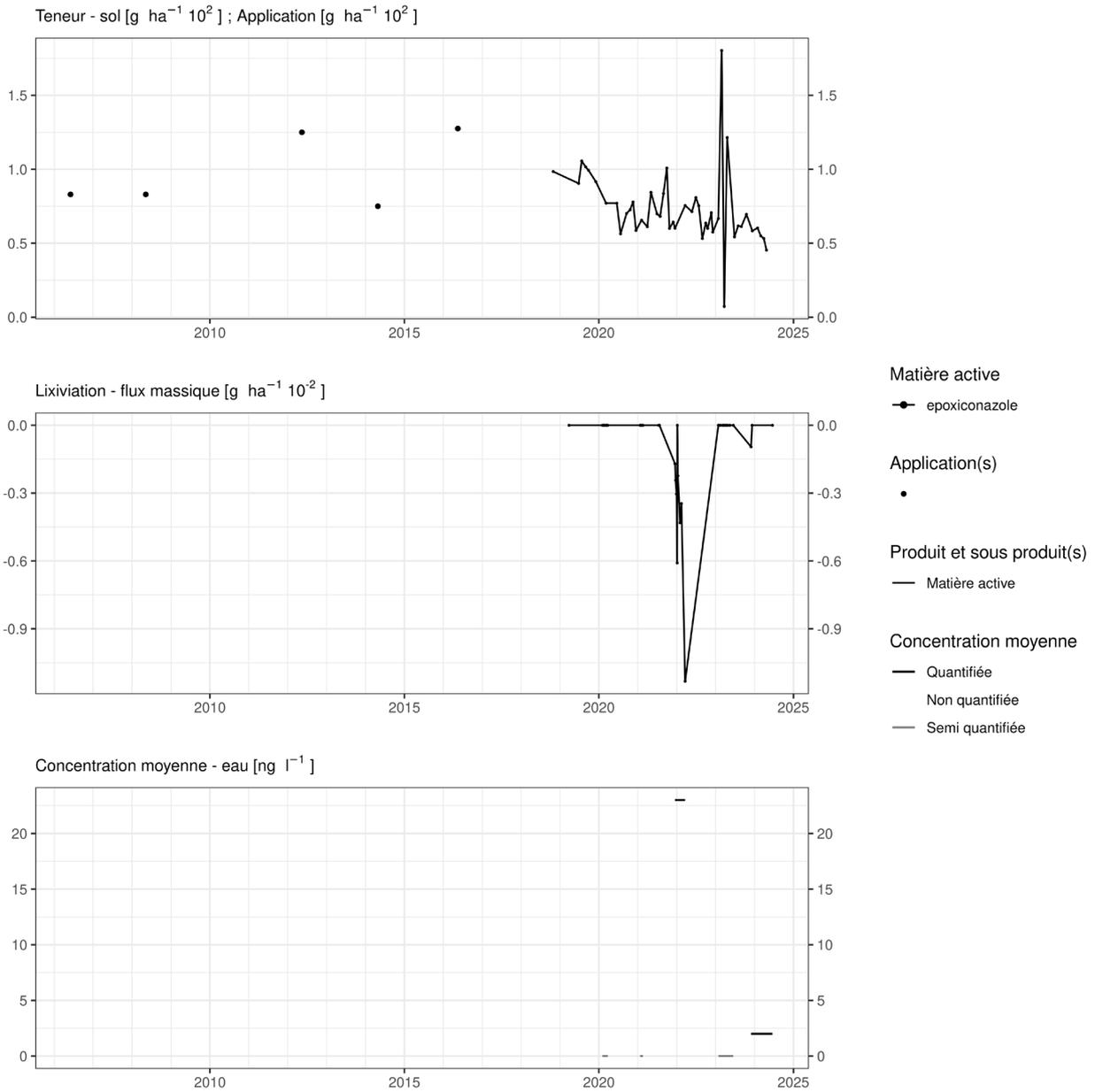
**Figure 121. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle SR4.**



**Figure 122. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle SR8.**



**Figure 123. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle SR12.**



**Figure 124. Applications et suivi de la teneur en epoxiconazole dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.22 Ethofumesate

L'ethofumesate est un herbicide essentiellement utilisé sur culture de betterave dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### SOL

Cette matière active est suivie depuis 2018 avec une LOQ de  $1.2 \mu\text{g.kg}^{-1}$  puis de  $0.5 \mu\text{g.kg}^{-1}$  depuis mai 2022. Son temps de demi-vie dans le sol est de 37.8 jours.

Quelques semaines après un traitement, les observations (figures 125 à 132) sont les suivantes :

- sur la parcelle Haute Bova, les applications réalisées au printemps 2022 engendrent une concentration dans le sol équivalente à la quantité apportée ;
- sur la parcelle Chemin de fer, le traitement ( $200 \text{ g.ha}^{-1}$ ) réalisé au printemps 2022 laisse une concentration dans le sol légèrement supérieure à  $100 \text{ g.ha}^{-1}$ ;
- sur la parcelle Bovenistier, quatre apports totalisant un peu moins de  $500 \text{ g.ha}^{-1}$  au printemps 2019 conduisent, fin d'été 2019 à une concentration dans le sol d'un peu plus de  $60 \text{ g.ha}^{-1}$  (en sachant que la concentration mesurée en automne 2018 était de  $100 \text{ g.ha}^{-1}$ );
- sur la parcelle Sole 4, un apport de  $400 \text{ g.ha}^{-1}$  réalisé début août 2019 n'engendre pas d'augmentation de concentration quelques semaines après cet apport : la concentration mesurée en juillet est équivalente à celle mesurée en septembre (environ  $25 \text{ g.ha}^{-1}$ ) ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, trois apports totalisant un peu plus de  $450 \text{ g.ha}^{-1}$  ont été réalisés au printemps 2021. La concentration dans le sol a atteint une quinzaine de grammes par hectare.

Quelques mois après un traitement, les observations sont les suivantes :

- sur la parcelle Haute Bova, un apport de  $400 \text{ g.ha}^{-1}$  au printemps 2018 laisse une dizaine de grammes par hectare de résidu à l'automne. Le constat est identique en 2022 ;
- sur la parcelle Chemin de fer, les apports totalisant environ  $900 \text{ g.ha}^{-1}$  réalisés au printemps 2018 conduisent à une concentration dans le sol de l'ordre de  $55 \text{ g.ha}^{-1}$  en automne de la même année. L'apport de  $200 \text{ g.ha}^{-1}$  réalisé au printemps 2022 laisse une concentration d'une dizaine de  $\text{g.ha}^{-1}$  à l'automne qui suit ;
- sur la parcelle Bovenistier, les apports (un peu moins de  $500 \text{ g.ha}^{-1}$ ) réalisés au printemps 2019 conduisent à une concentration de l'ordre de  $10 \text{ g.ha}^{-1}$  fin d'automne de la même année ;
- sur la parcelle Sole 4, l'apport réalisé en été 2019 ( $400 \text{ g.ha}^{-1}$ ) conduit à une concentration d'une vingtaine de grammes par hectare fin d'automne de la même année ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, les traitements réalisés au printemps 2021 ont laissé une concentration de moins de  $10 \text{ g.ha}^{-1}$  à l'automne de la même année.

A plus long terme (environ quatre ans après l'apport), la concentration résiduelle dans le sol n'excède pas la dizaine de grammes par hectare (Haute Bova, Bovenistier, Chemin de fer, Bovenistier). Seule la parcelle Sole 4 montre une persistance un peu plus importante de cette matière active.

### EAU

La LOQ pour cette molécule est de  $0.03 \mu\text{g.L}^{-1}$  depuis 2018 puis de  $0.1 \mu\text{g.L}^{-1}$  depuis mai 2022.

Cette matière active a été quantifiée dans des échantillons d'eau collectés aux exutoires des lysimètres, conduisant, au cours de certaines périodes de percolation, à des concentrations moyennes de l'ordre de  $10 \text{ ng.L}^{-1}$ . Son indice de lixiviation GUS est de 3.04.

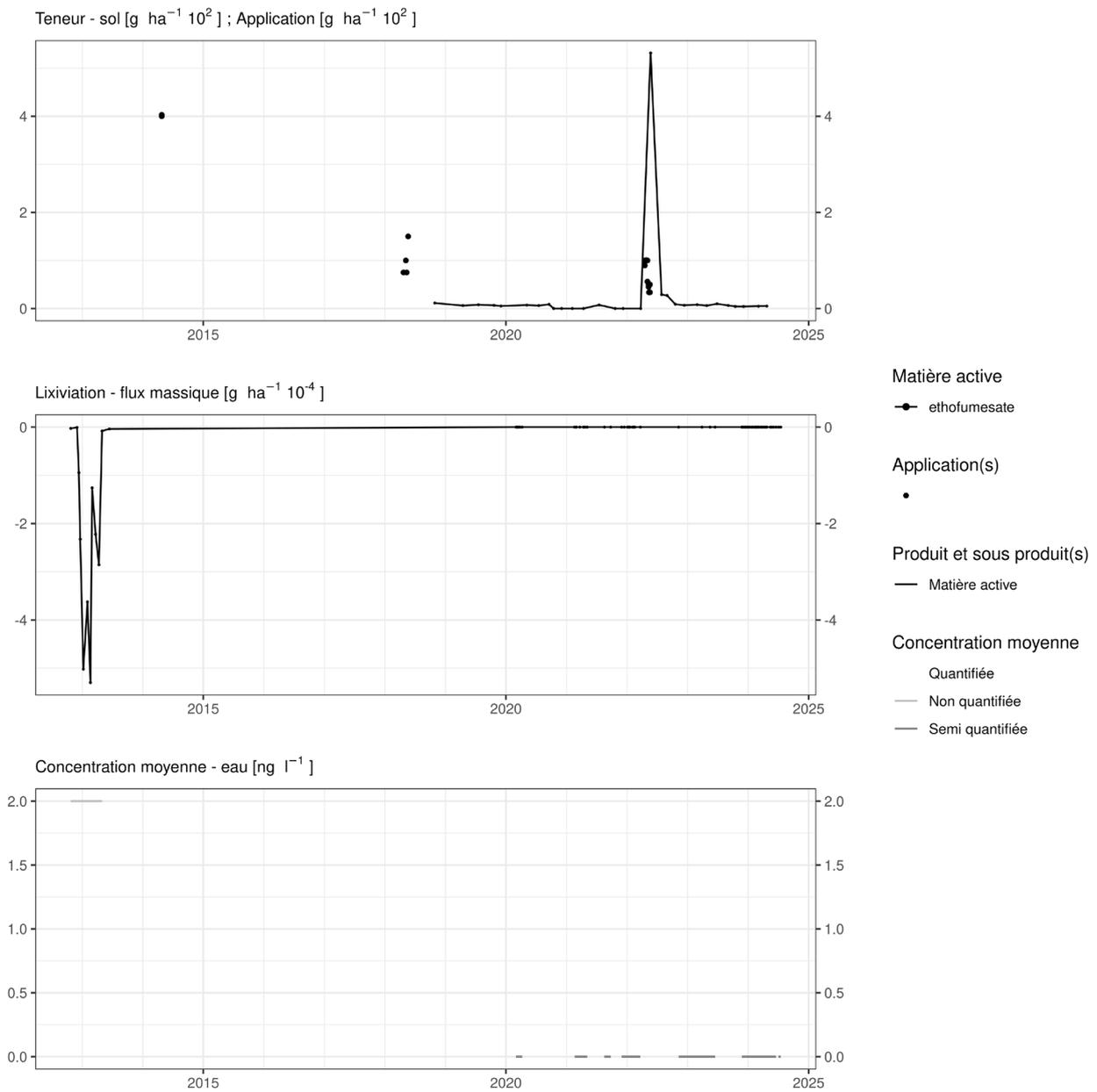


Figure 125. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle Haute Bova.

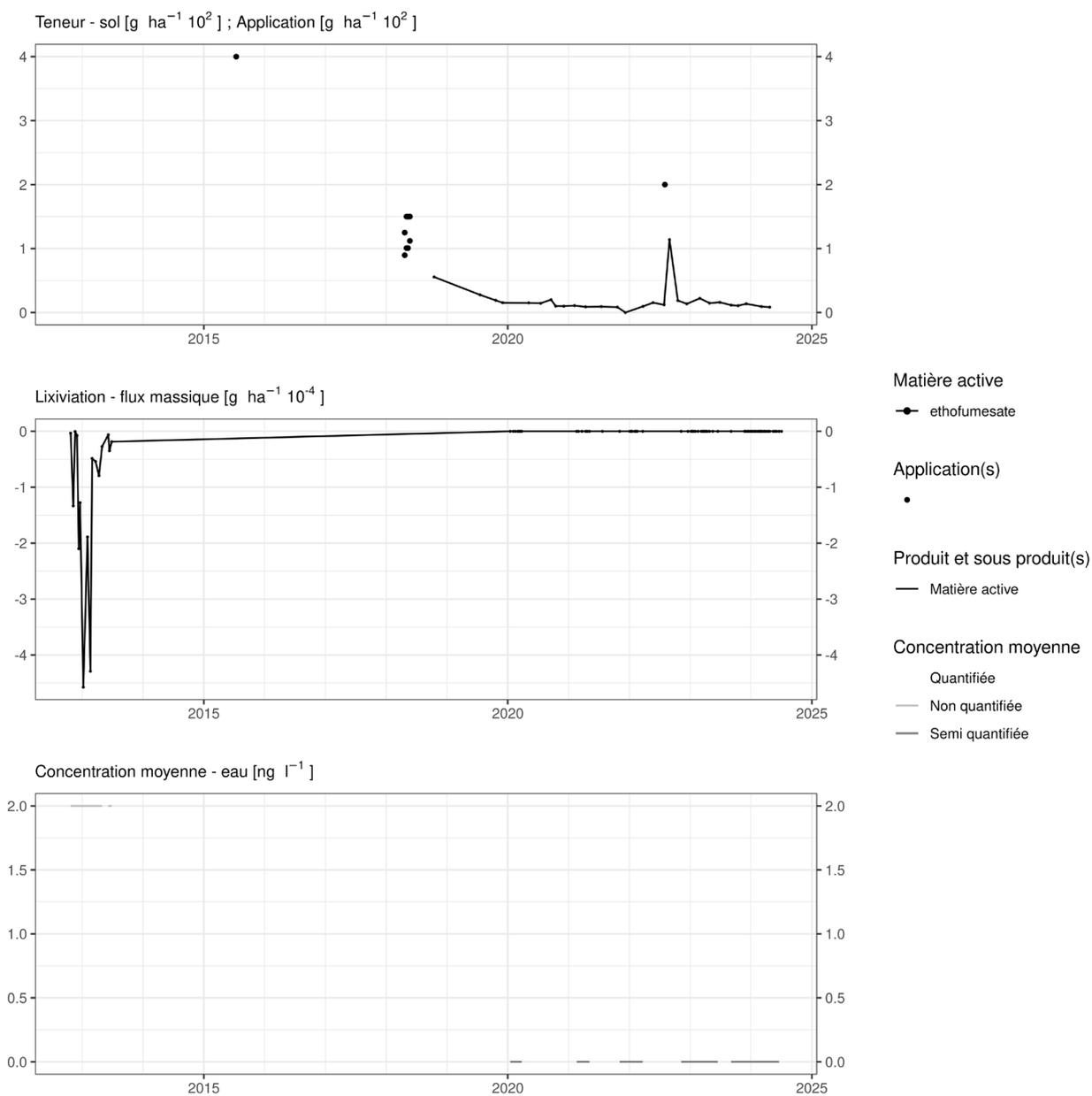
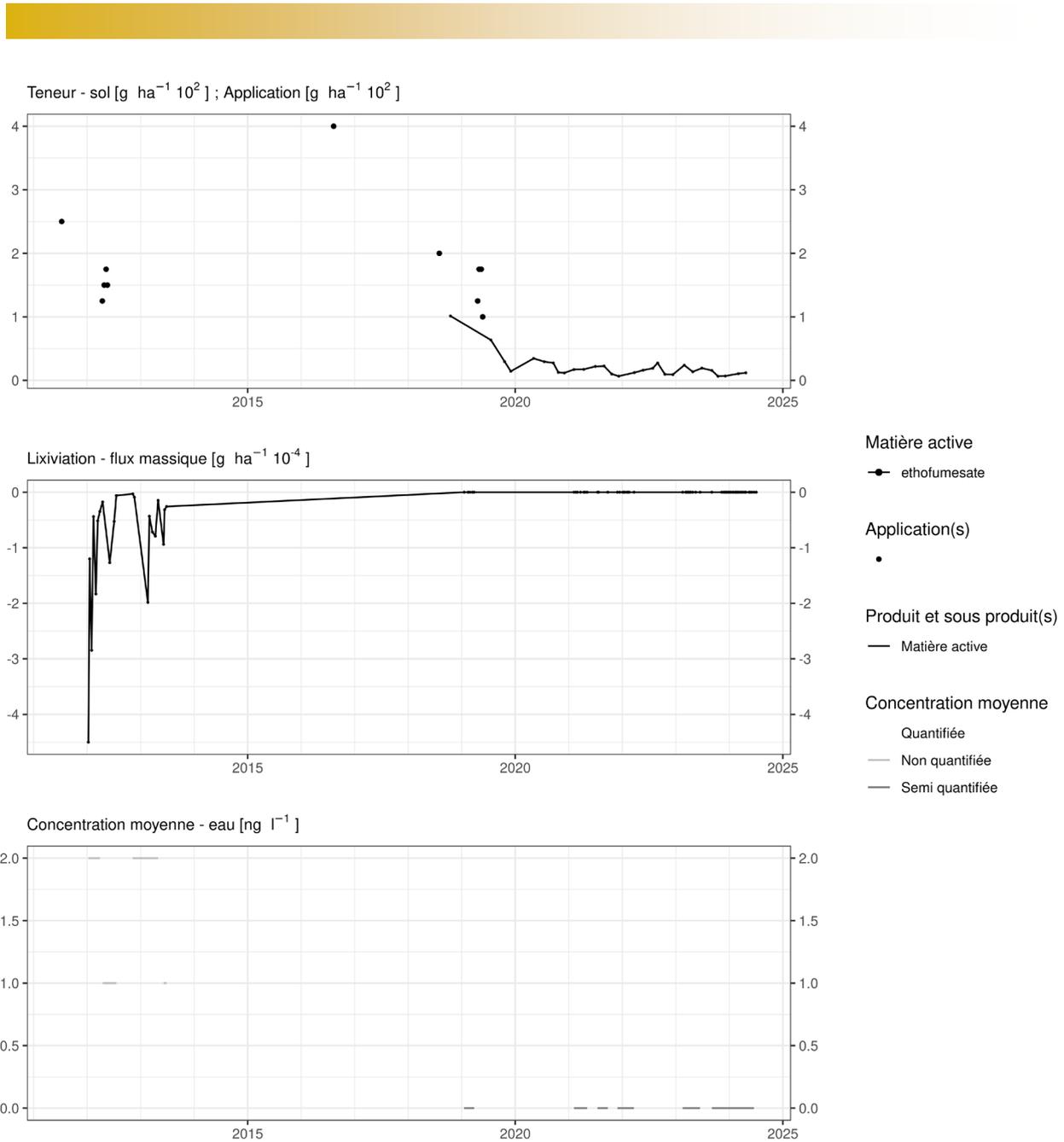
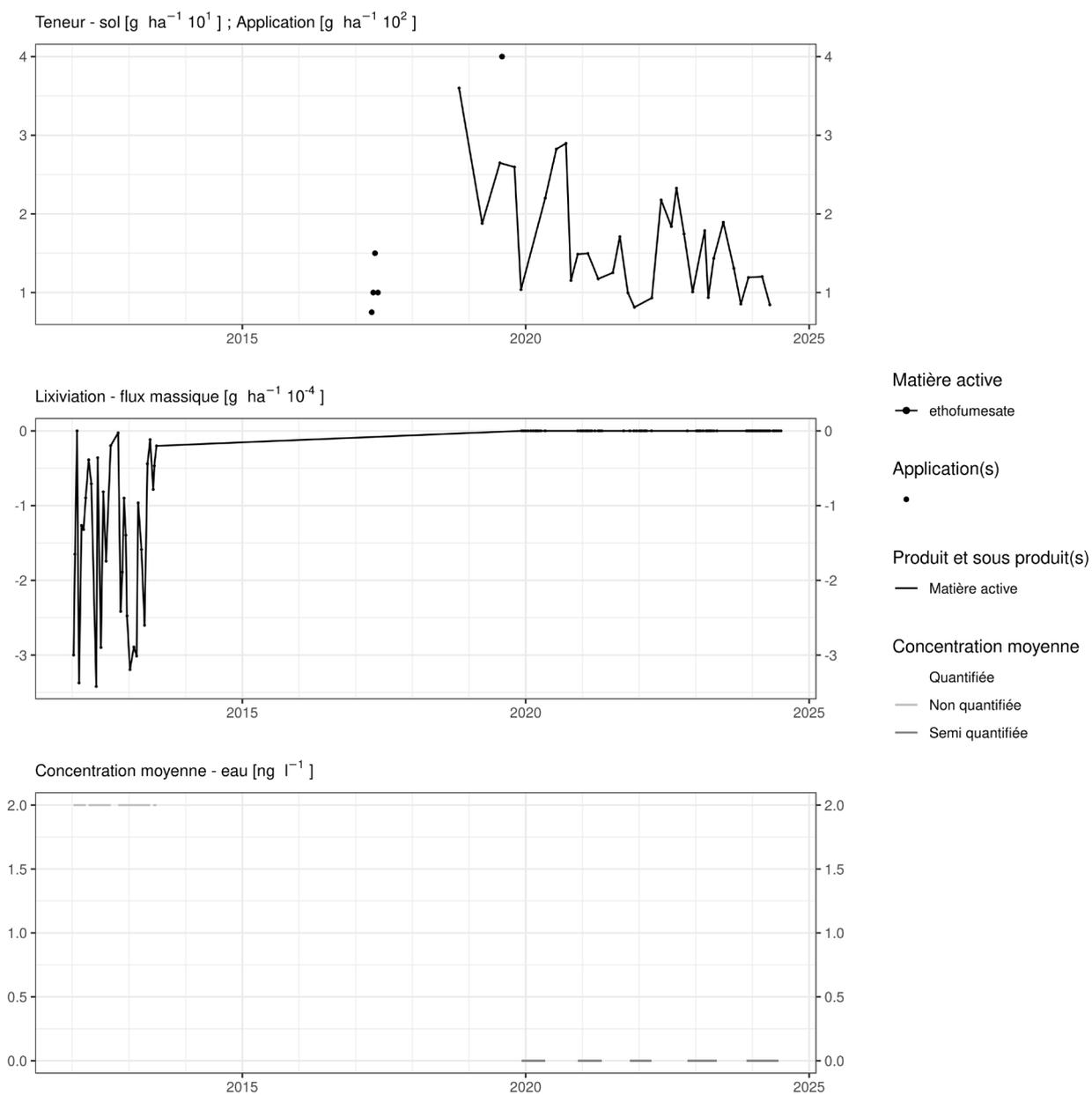


Figure 126. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle Chemin de fer.



**Figure 127. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 128. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle Sole 4.**

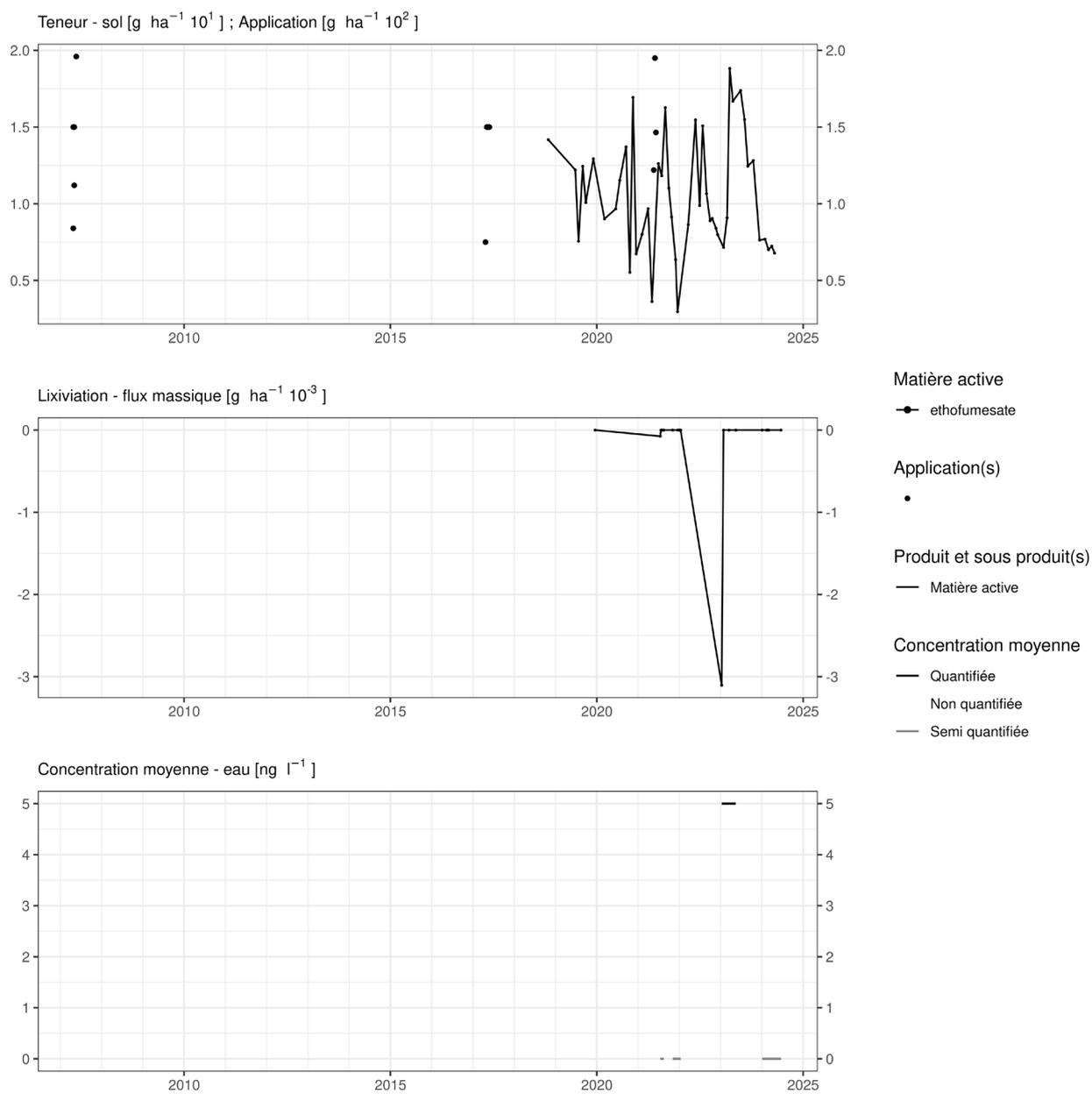
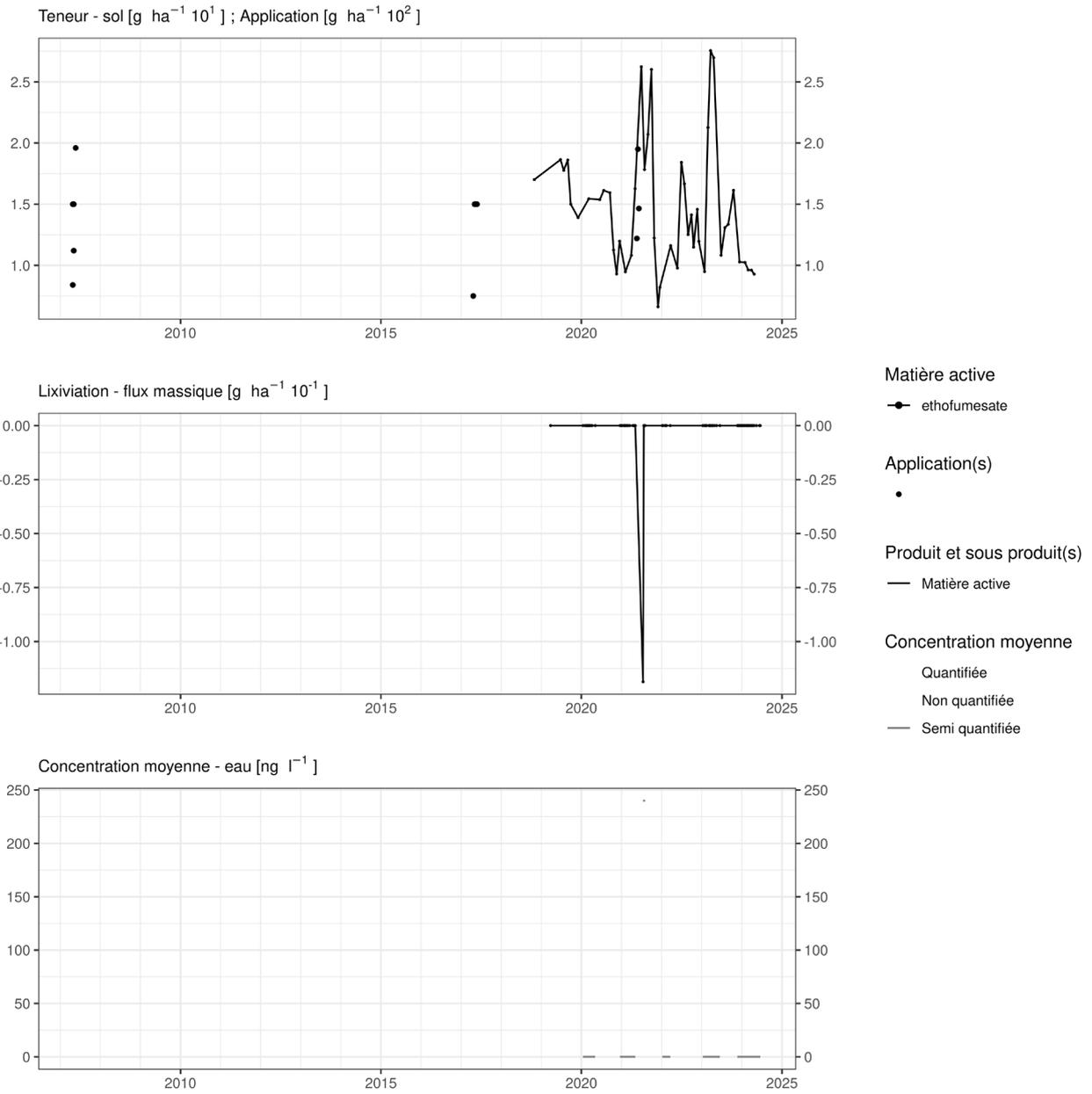
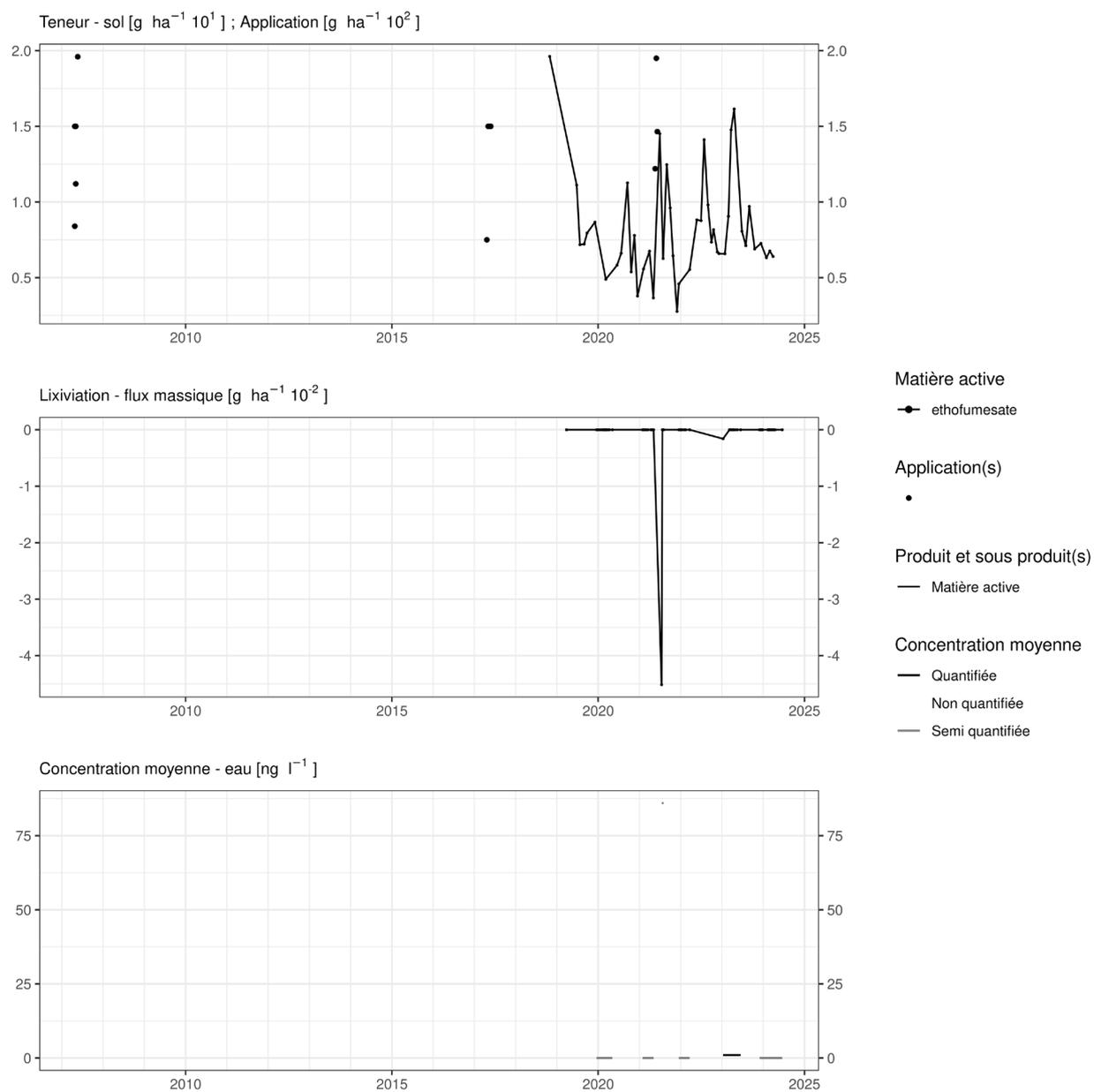


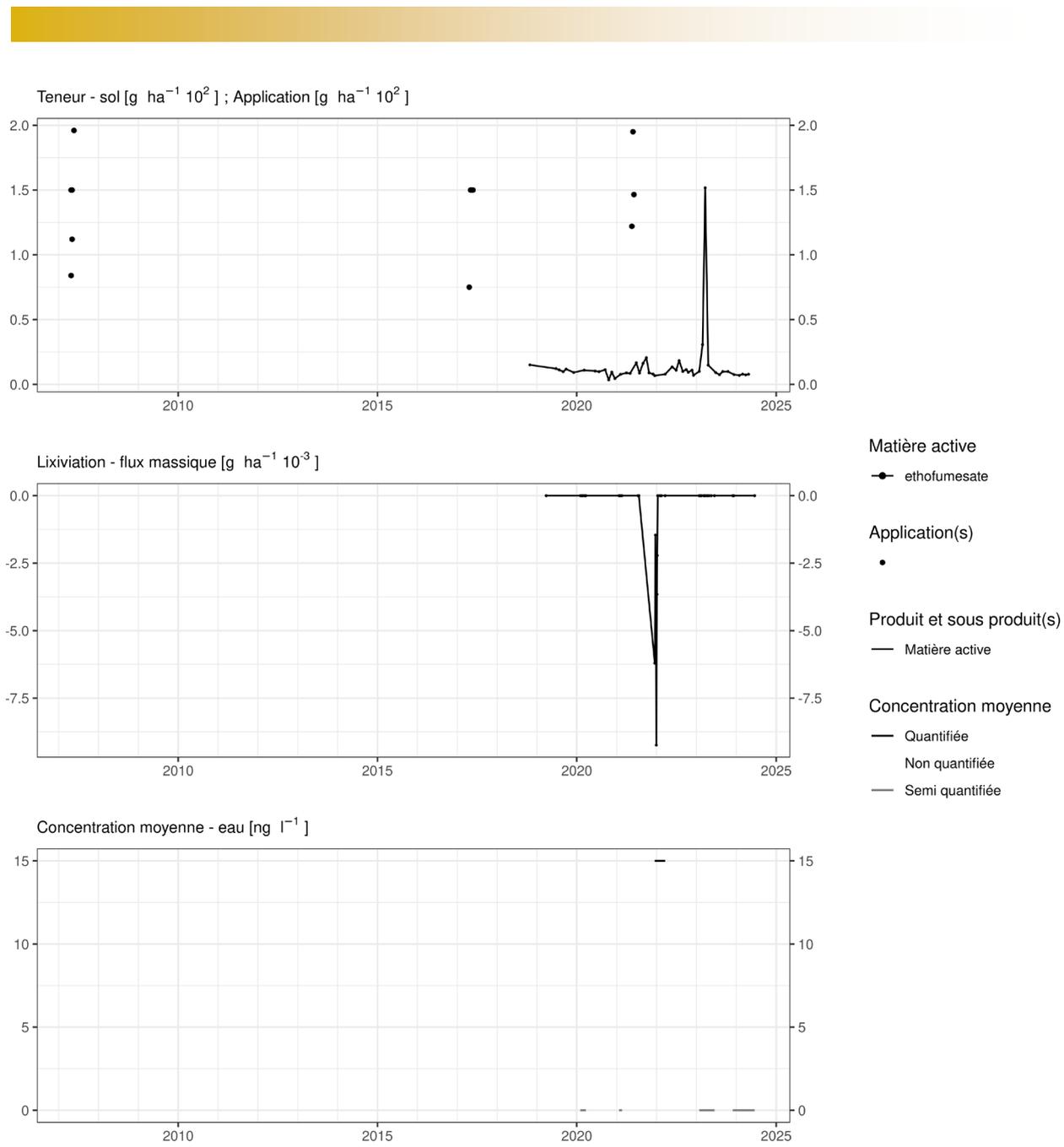
Figure 129. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle SR4.



**Figure 130. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle SR8.**



**Figure 131. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle SR12.**



**Figure 132. Applications et suivi de la teneur en ethofumesate dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines. La concentration moyenne observée dans 546 points de mesure est, à une exception près, inférieure à 10 ng.L<sup>-1</sup> (figure 133).

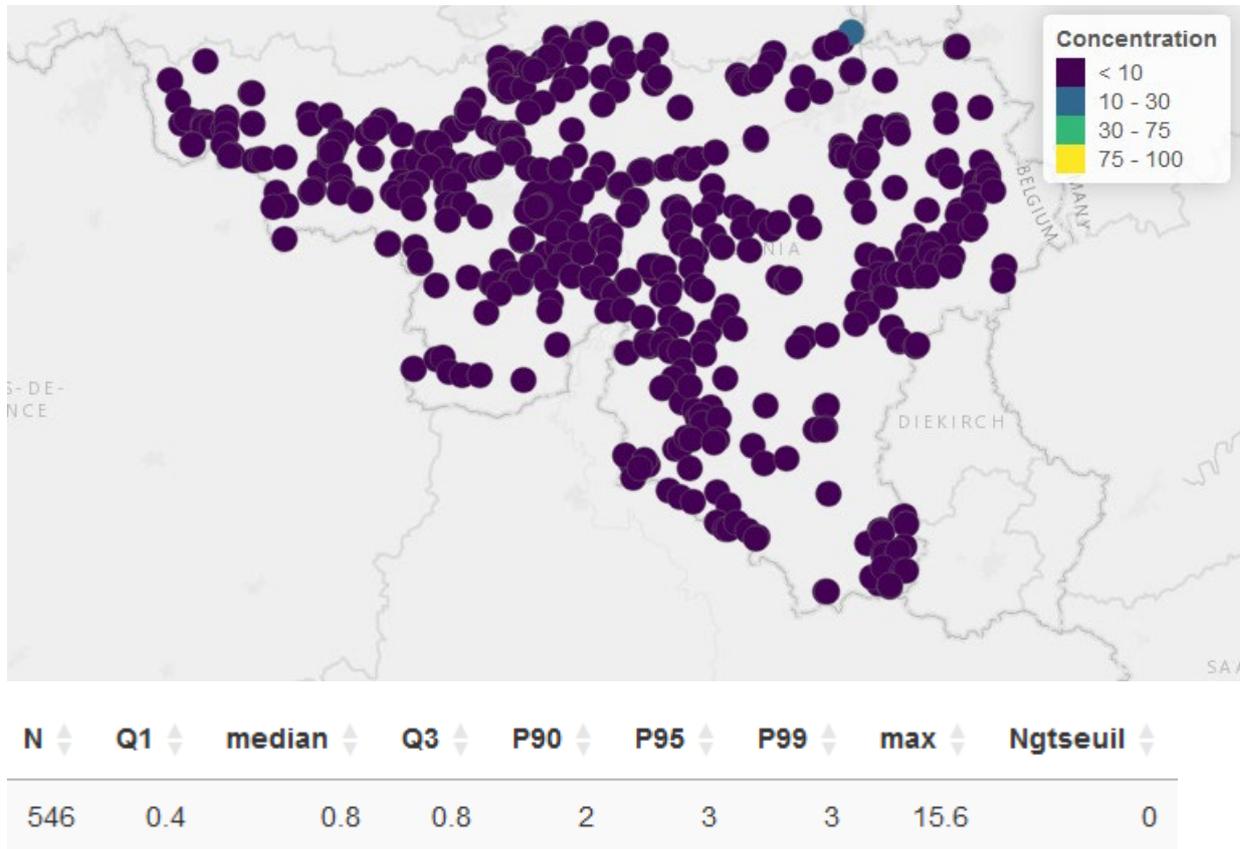


Figure 133. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en ethofumesate observées dans les eaux souterraines.

## 14.23 Florasulam

Le florasulam est un herbicide utilisé pour la culture de froment dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

La LOQ dans le sol est de  $5 \mu\text{g.kg}^{-1}$  et une DT50 de 8.5 jours. Quelques jours après un traitement, les observations (figure 136 à figure 139) menées sur les parcelles Sols-Résidus révèlent une concentration dans le sol inférieure au dixième de l'apport ( $5 \text{ g.ha}^{-1}$ )

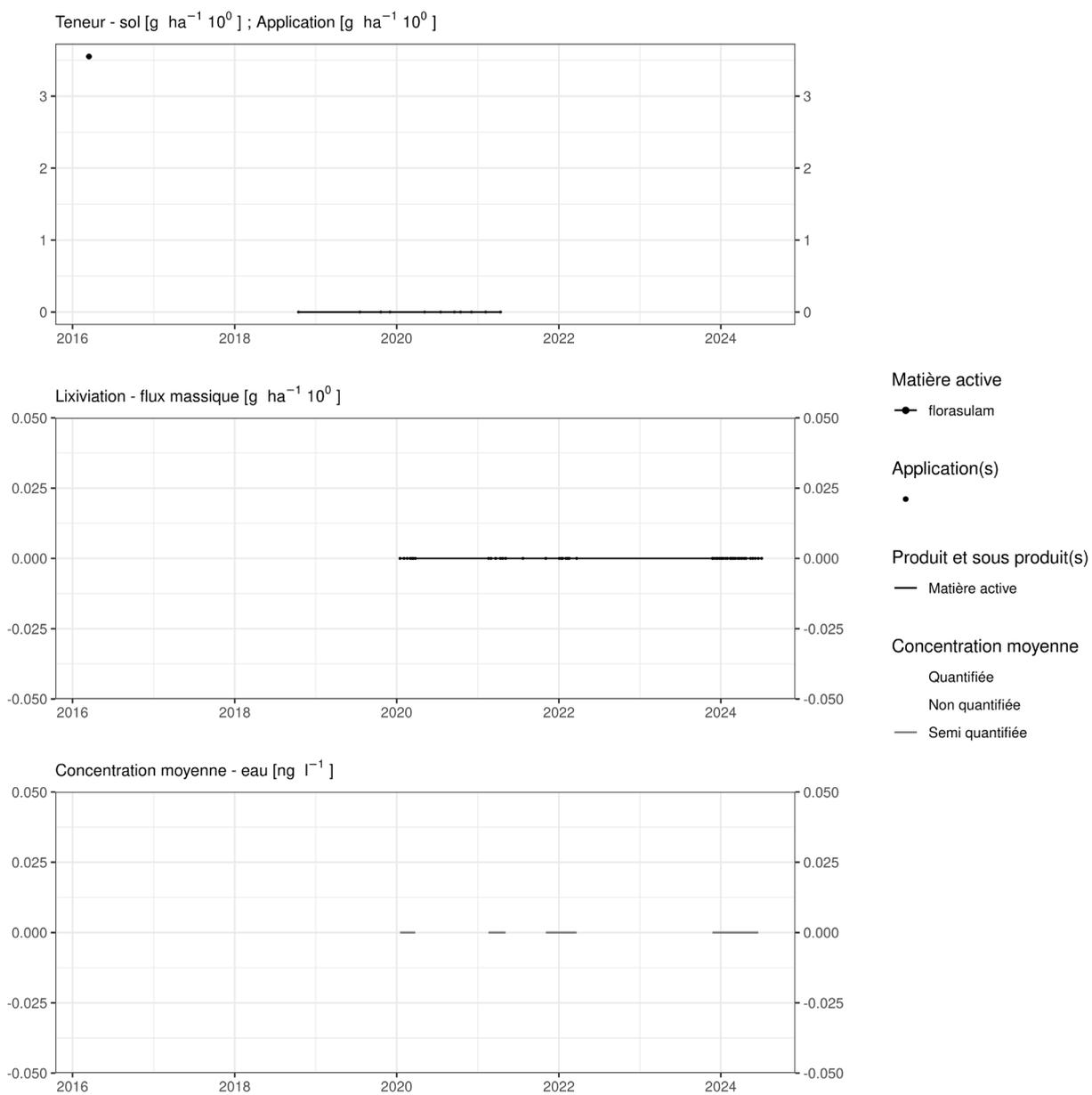
Quelques semaines, la matière active n'est plus observée.

### **EAU**

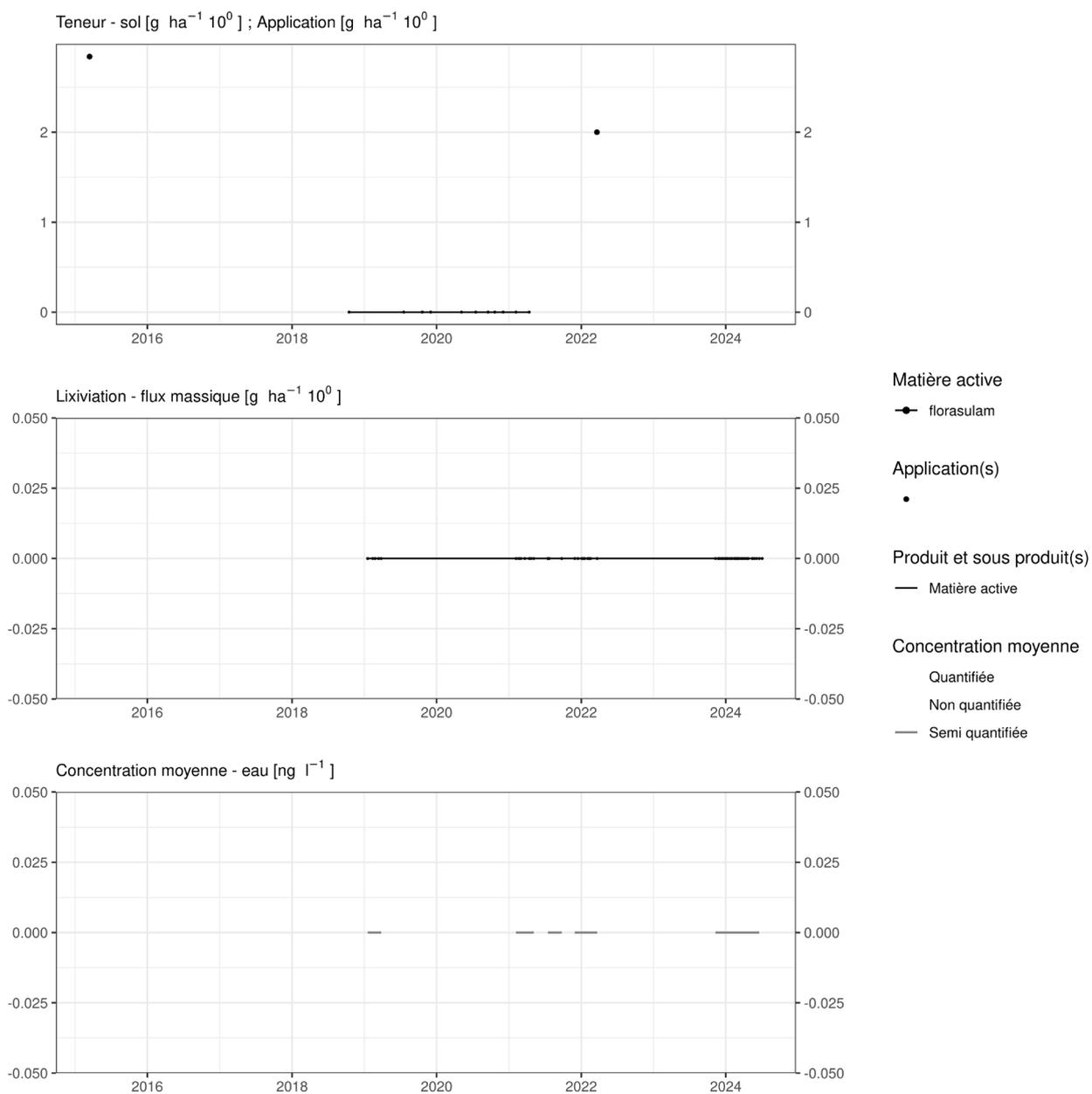
La LOQ dans l'eau est de  $0.03 \mu\text{g.L}^{-1}$  et un indice ce GUS de 2.5. L'apport réalisé en 2016 n'a jamais été détecté dans des échantillons d'eau collectés à l'exutoire du lysimètre de la parcelle Chemin de fer (figure 134).

Sur la parcelle Bovenistier (figure 135), les deux apports réalisés en 2016 et 2022 n'ont pas été détectés dans l'eau collectée à l'exutoire du lysimètre

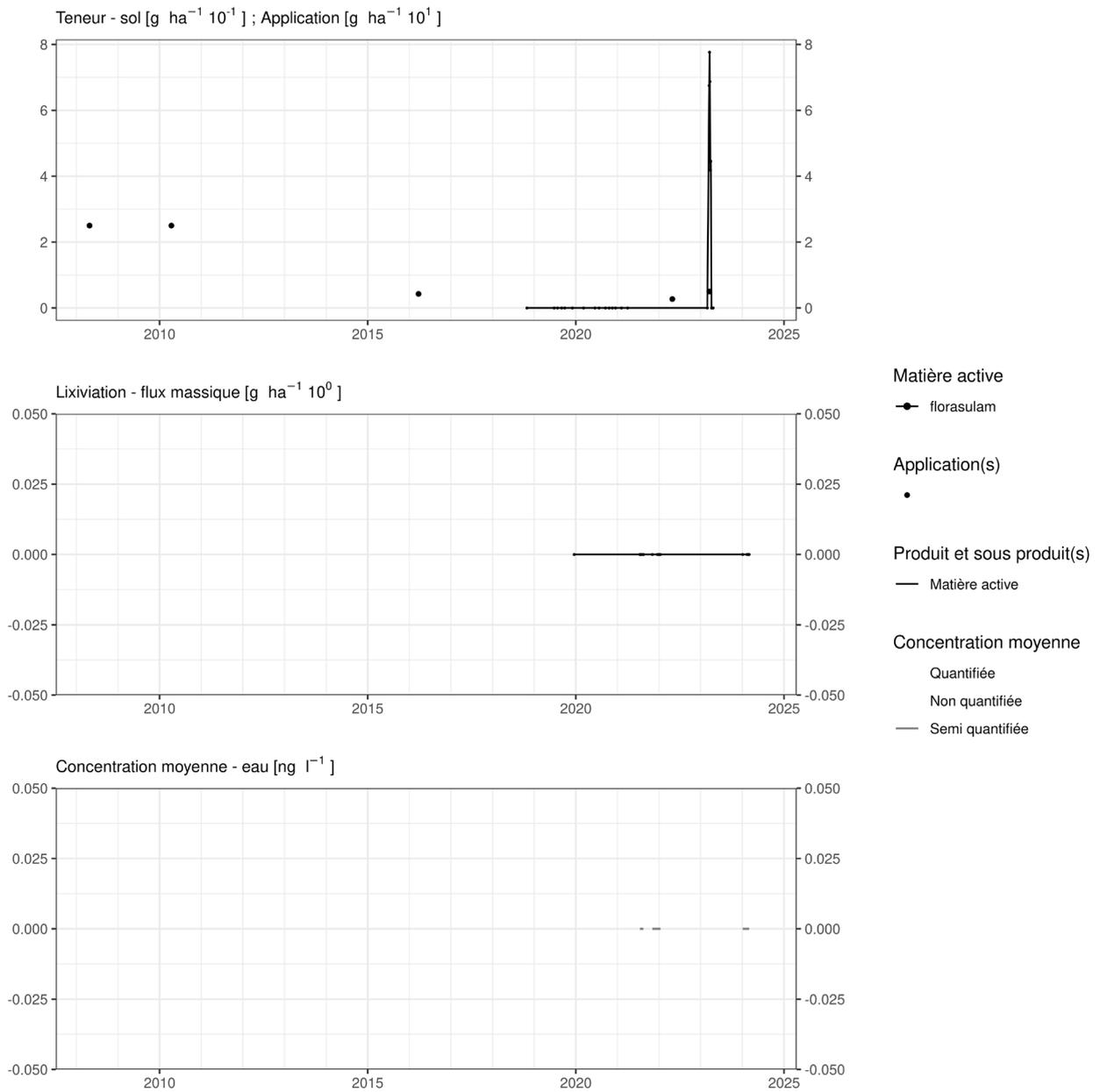
Sur les parcelles Sol-Résidus, à l'exception d'un échantillon sur le SR16, la matière active n'a jamais été détectée.



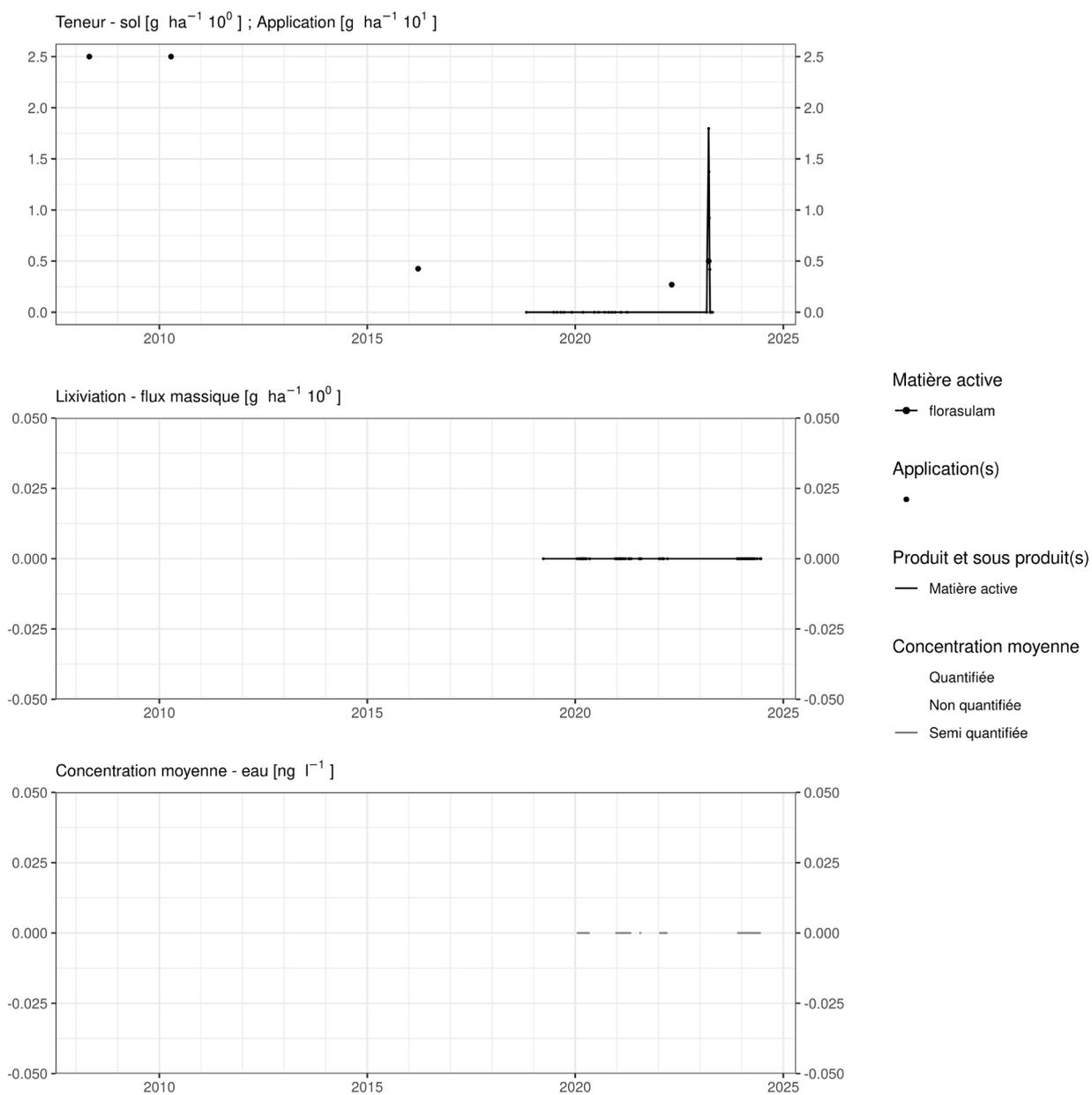
**Figure 134. Applications et suivi de la teneur en florasulam dans la parcelle Chemin de fer.**



**Figure 135. Applications et suivi de la teneur en florasulam dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 136. Applications et suivi de la teneur en florasulam dans la parcelle SR4.**



**Figure 137. Applications et suivi de la teneur en florasulam dans la parcelle SR8.**

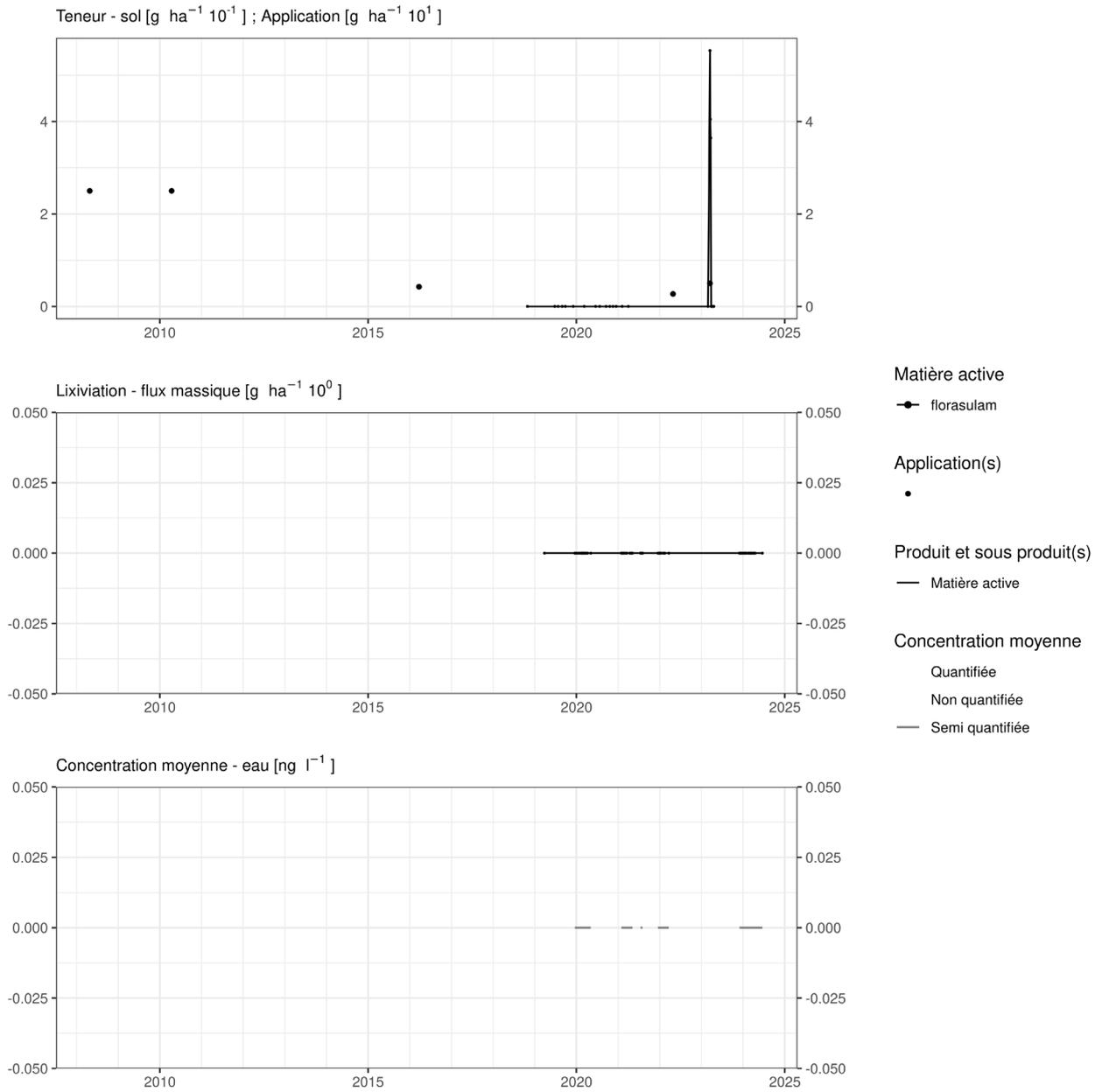
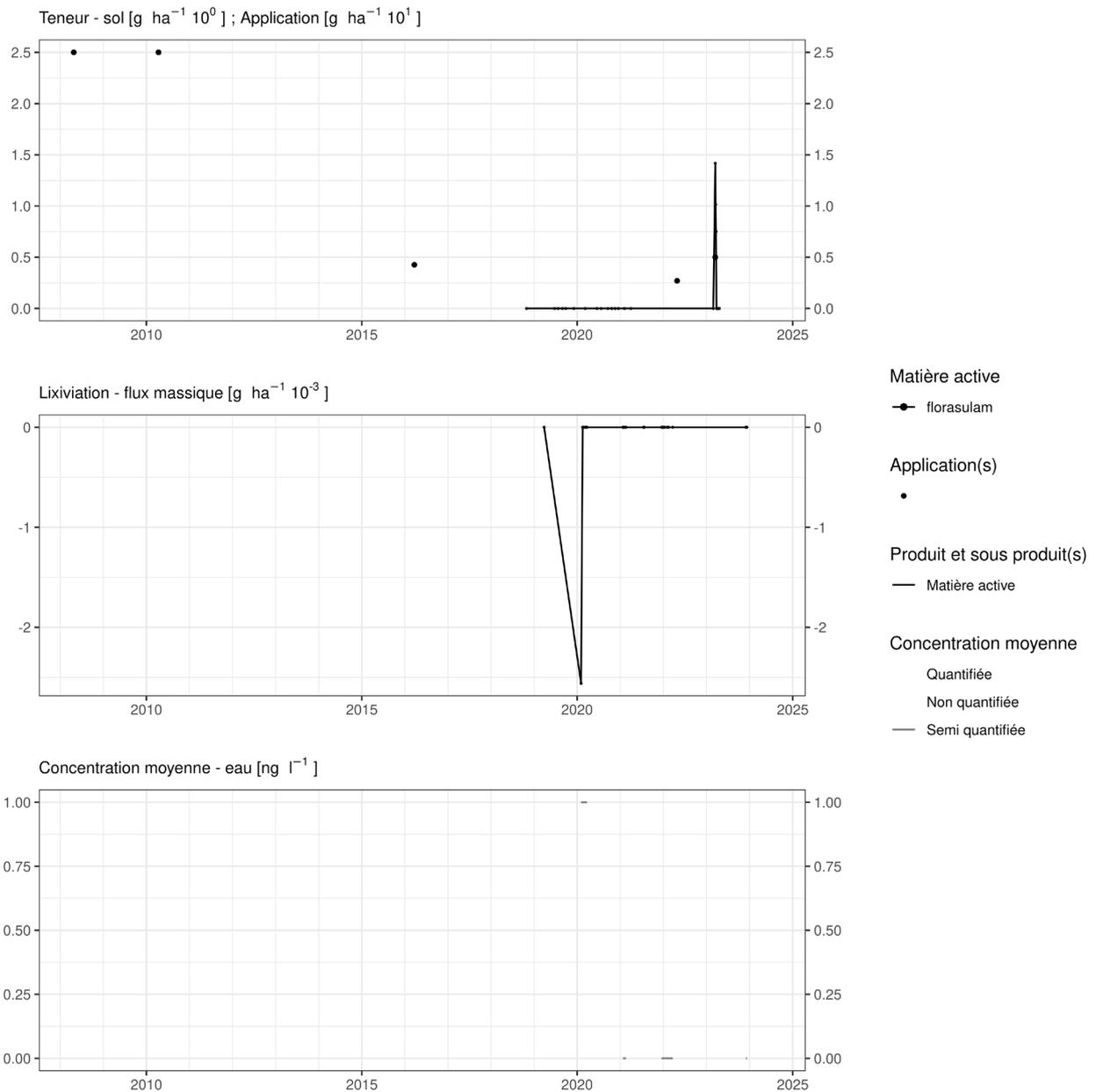


Figure 138. Applications et suivi de la teneur en florasulam dans la parcelle SR12.



**Figure 139. Applications et suivi de la teneur en florasulam dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.24 Flufenacet

Le flufenacet est un herbicide essentiellement utilisé sur culture de pomme de terre, de froment et de maïs dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette molécule est suivie dans le sol depuis 2018 avec une LOQ de 1.3  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  puis de 0.3  $\mu\text{g.kg}^{-1}$  à partir de mai 2022. Sa DT50 dans le sol est de 39 jours.

Quelques semaines après un traitement, les observations (figures 140 à 146) sont les suivantes :

- sur la parcelle Sole 4, deux apports totalisant 240  $\text{g.ha}^{-1}$  à l'automne 2020 conduisent, début décembre de la même année, à une concentration dans le sol d'un peu plus de 35  $\text{g.ha}^{-1}$ . Un constat similaire est fait pour l'apport réalisé en automne 2022 ;
- sur la parcelle Chemin de fer, un apport d'un peu plus de 400  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé au printemps 2019 a conduit à une concentration d'un peu plus de 100  $\text{g.ha}^{-1}$ ;
- sur la parcelle Bovenistier, un apport d'un peu plus de 400  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé au printemps 2021 conduit à une concentration dans le sol de près de 90  $\text{g.ha}^{-1}$ ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, un apport d'un peu plus de 300  $\text{g.ha}^{-1}$  a été réalisé au printemps 2019. Deux jours après l'application, la concentration dans le sol est de l'ordre de 200  $\text{g.ha}^{-1}$ . Quelques semaines plus tard, elle est en moyenne de l'ordre d'une centaine de gramme par hectare. Un apport d'un peu moins de 20  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé au printemps 2023 engendre une concentration équivalente dans le sol dans les semaines qui suivent.

Quelques mois après un traitement, les observations sont les suivantes :

- sur la parcelle Sole 4, en fin d'hiver qui suit un apport d'automne, la matière n'est plus détectée ;
- sur la parcelle Chemin de fer, l'apport de printemps (un peu plus de 400  $\text{g.ha}^{-1}$ ) est visible dans le sol à hauteur d'une dizaine de gramme par hectare ;
- sur la parcelle Bovenistier, l'apport d'un peu plus de 400  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé au printemps 2021 conduit à une concentration de l'ordre de 10  $\text{g.ha}^{-1}$  fin d'automne de la même année ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, le traitement (un peu plus de 300  $\text{g.ha}^{-1}$ ) réalisé au printemps 2019 a laissé une concentration de moins de 10  $\text{g.ha}^{-1}$  à l'automne de la même année. L'apport réalisé au printemps 2023 n'est quasiment plus détecté au cours de l'hiver qui suit.

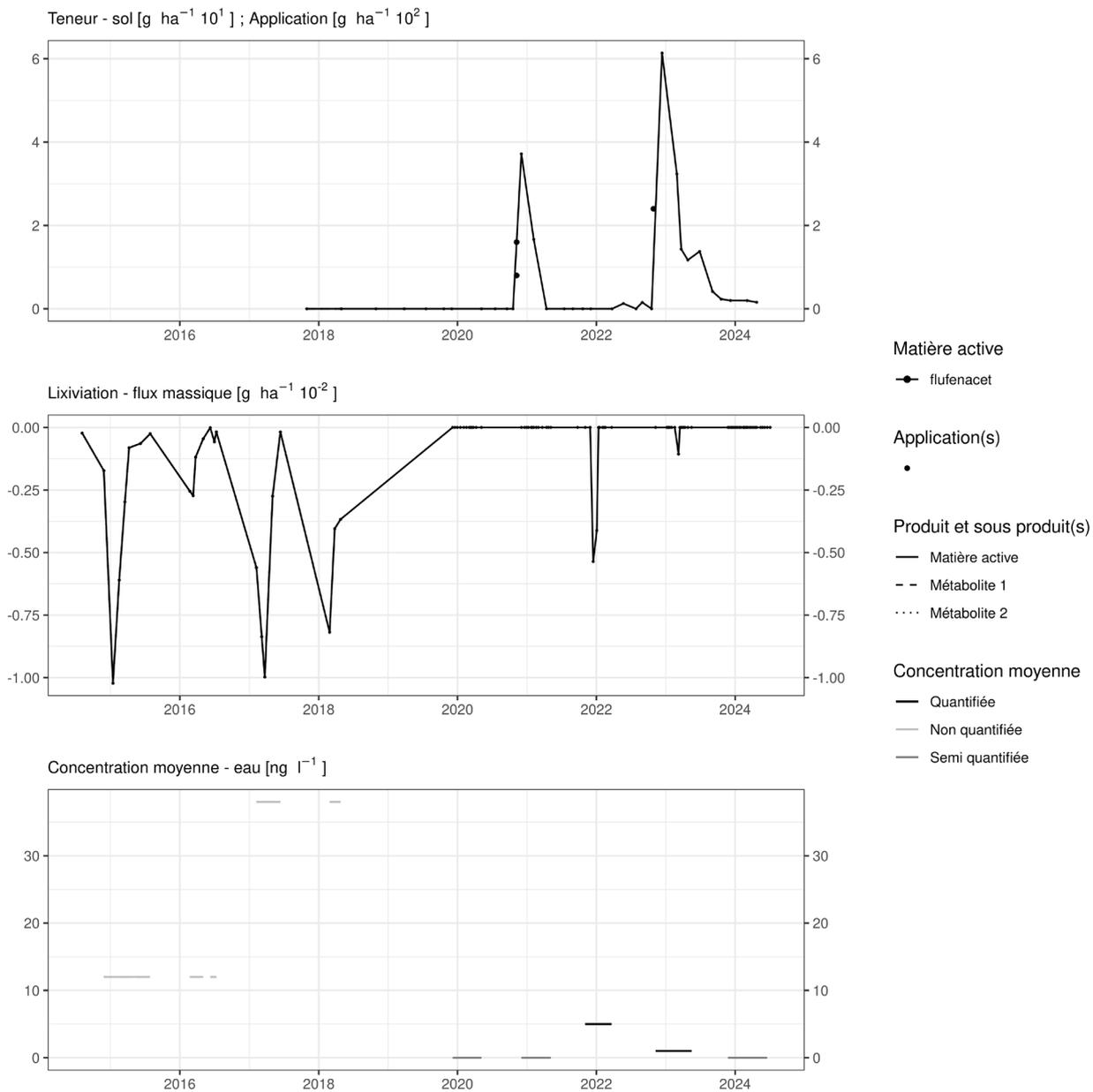
A plus long terme (environ trois ans après l'apport), la matière active n'est plus décelée dans le sol (Chemin de fer 2011 et 2019, Sol-Résidus 2015 et 2019). Seule la parcelle Bovenistier montre encore une faible concentration dans le sol deux ans après l'apport.

### **EAU**

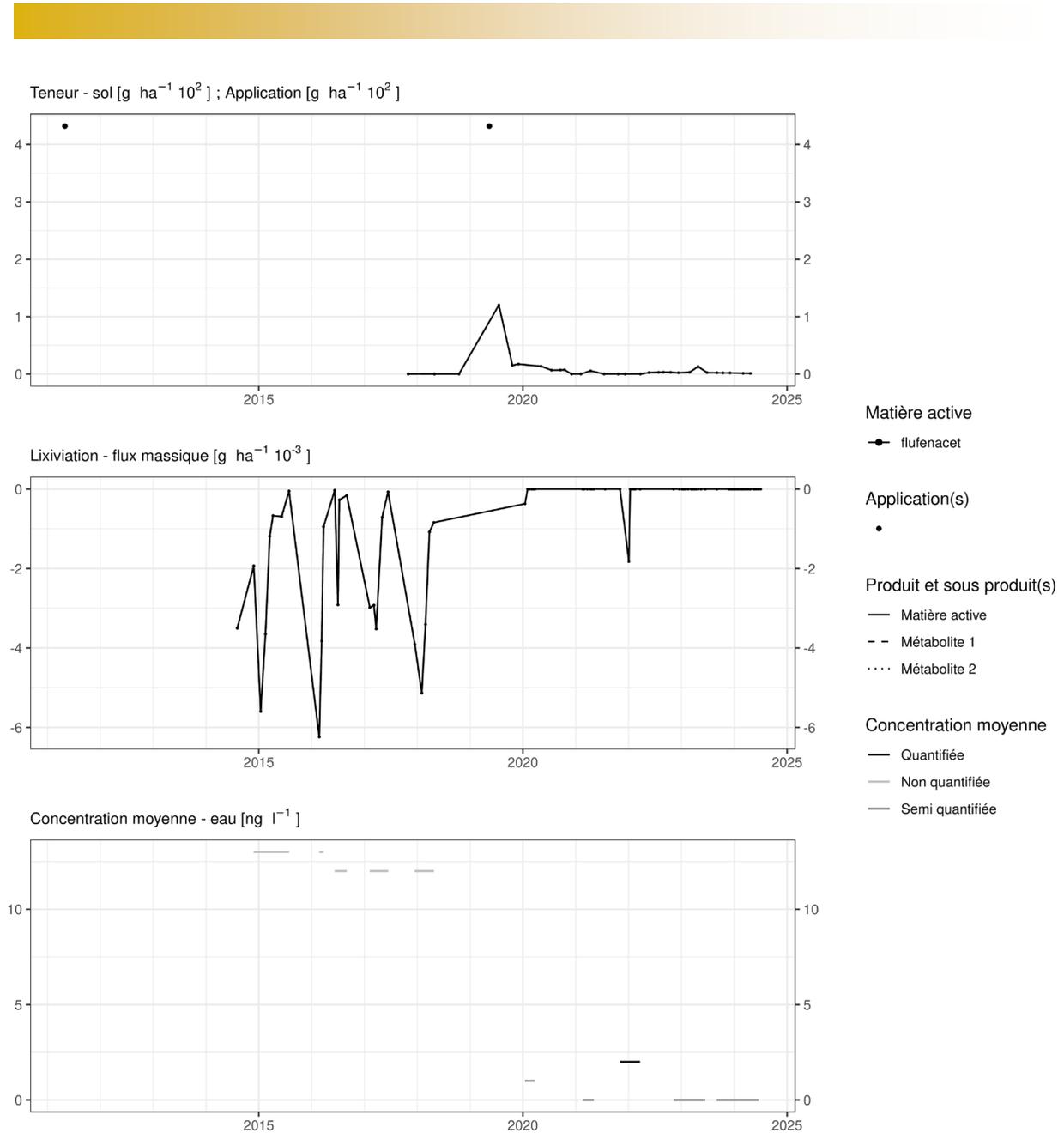
Cette matière active est suivie depuis 2018 avec une LOQ de 0.04  $\mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice de lixiviation GUS est modéré puisqu'il est de 2.49.

Cette matière active a été sporadiquement observée en très petite quantité dans des échantillons d'eau collectés aux exutoires de lysimètres. Cela a donné lieu à des concentrations moyennes qui n'ont que rarement et faiblement dépassé 10  $\text{ng.L}^{-1}$  sur les sept parcelles ayant été traitée avec du flufenacet.

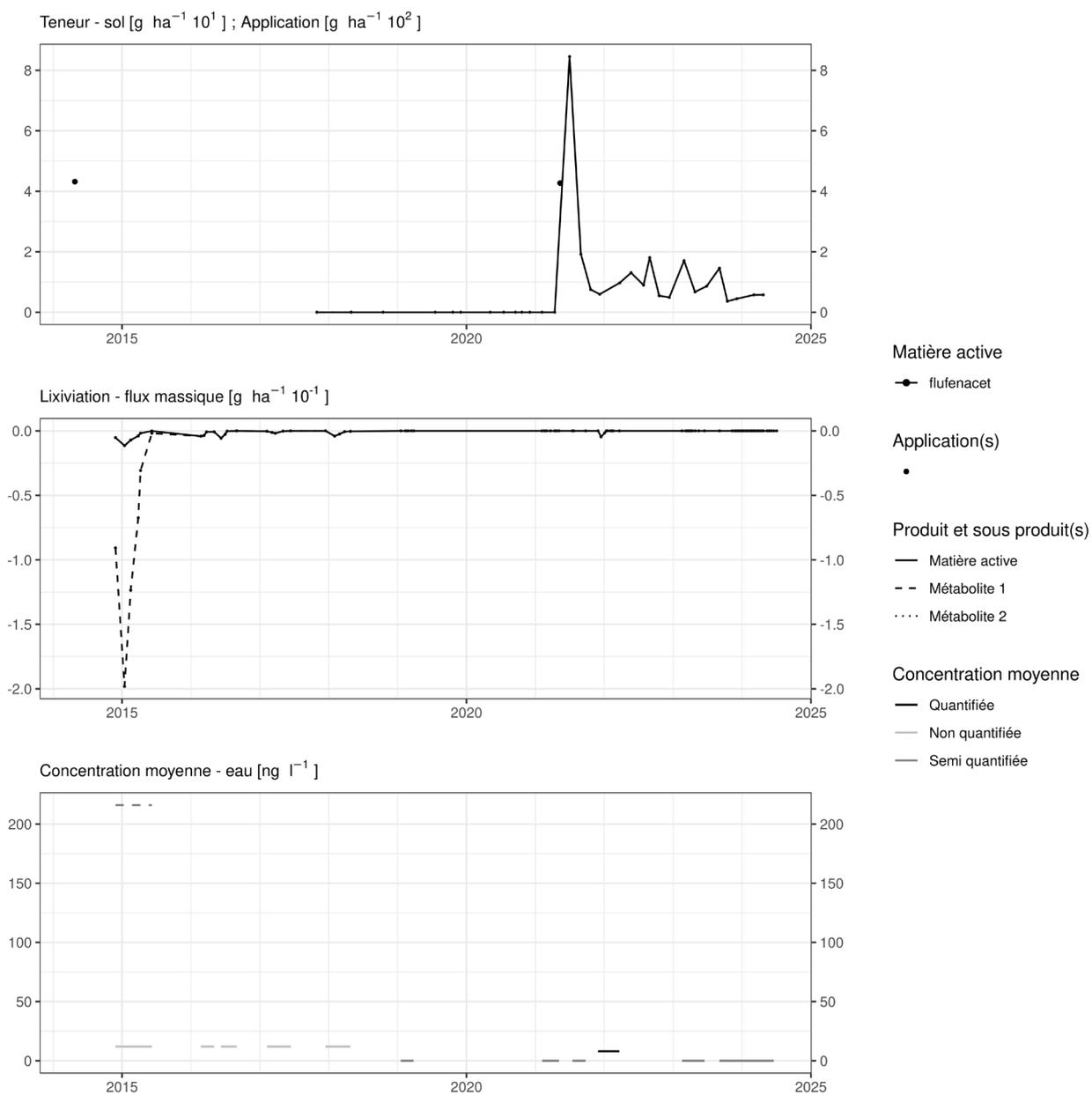
Ses métabolites ont été suivis de 2015 à 2018.



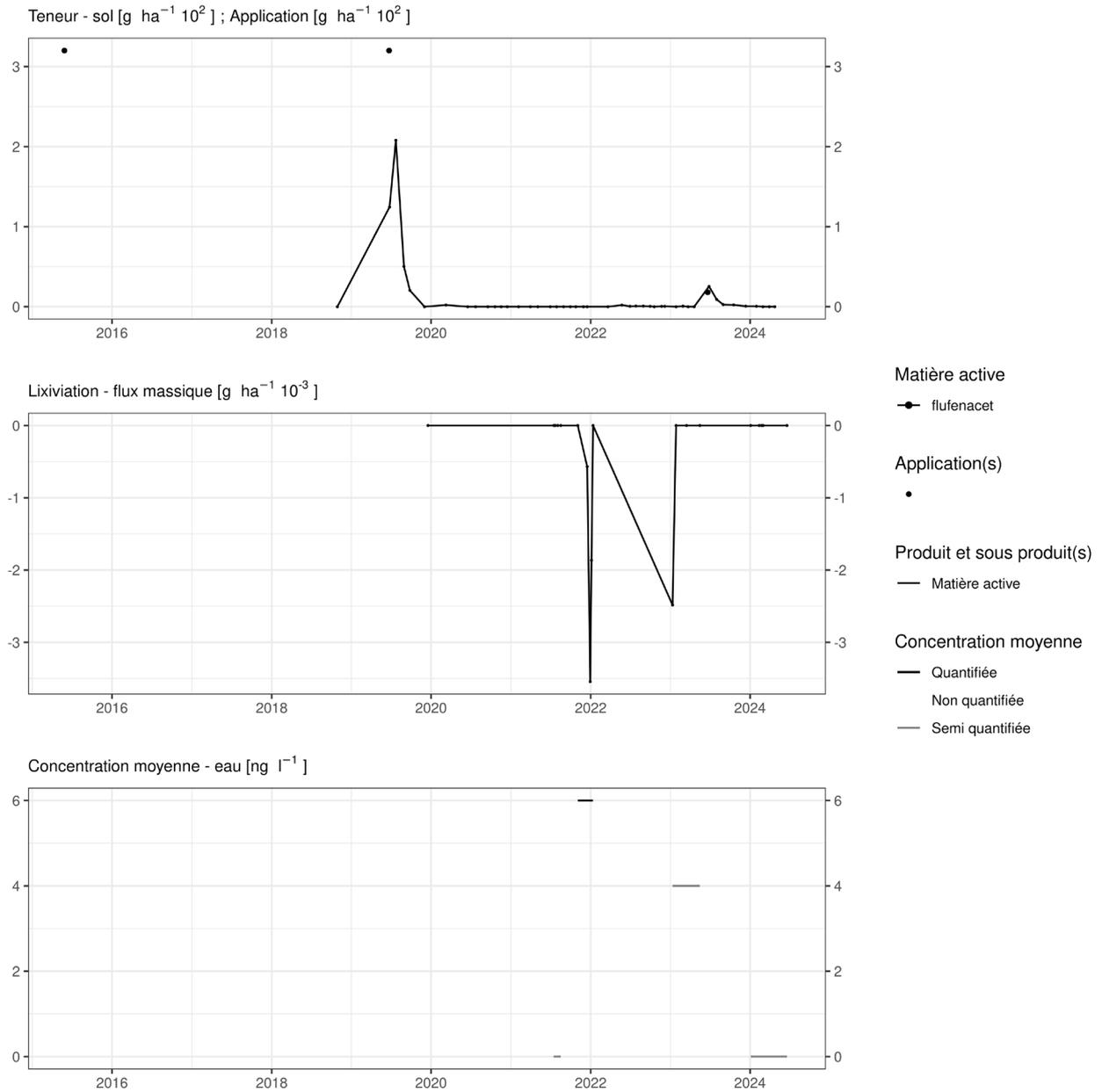
**Figure 140. Applications et suivi de la teneur en flufenacet, en flufenacet ESA (métabolite 1) et en flufenacet OA (métabolite 2) dans la parcelle Sole 4.**



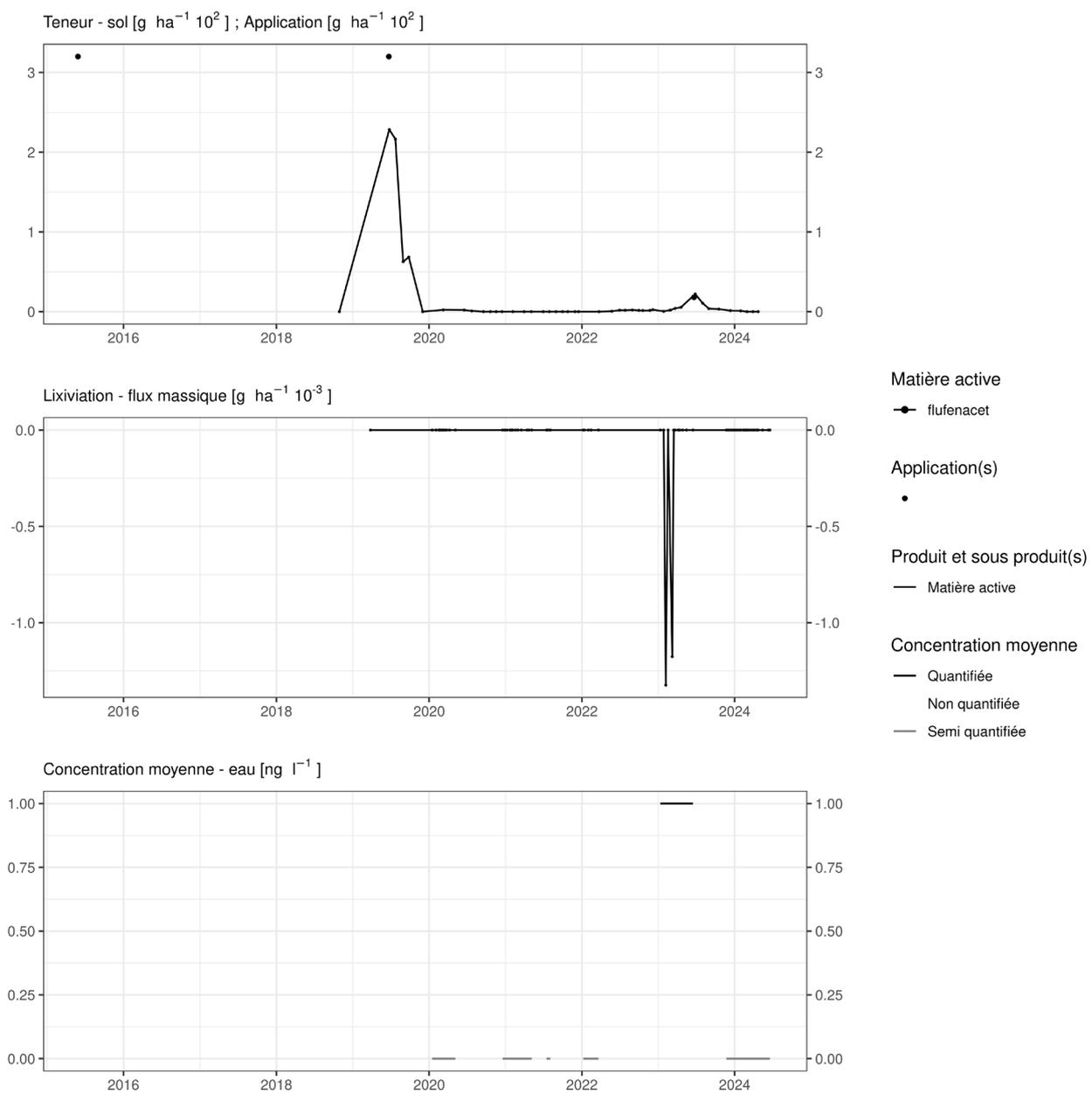
**Figure 141. Applications et suivi de la teneur en flufenacet, en flufenacet ESA (métabolite 1) et en flufenacet OA (métabolite 2) dans la parcelle Chemin de fer.**



**Figure 142. Applications et suivi de la teneur en flufenacet, en flufenacet ESA (métabolite 1) et en flufenacet OA (métabolite 2) dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 143. Applications et suivi de la teneur en flufenacet dans la parcelle SR4.**



**Figure 144. Applications et suivi de la teneur en flufenacet dans la parcelle SR8.**

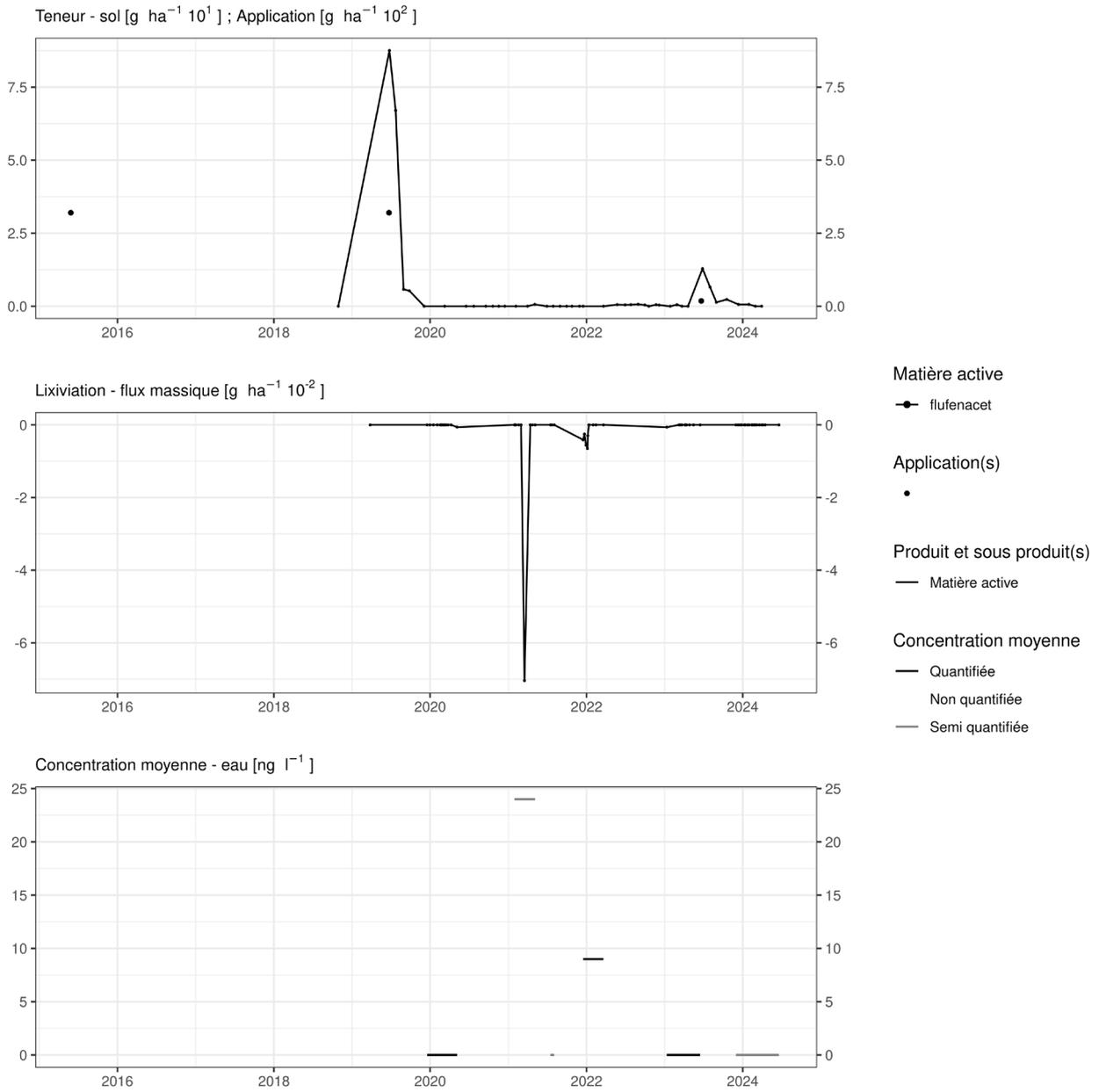


Figure 145. Applications et suivi de la teneur en flufenacet dans la parcelle SR12.

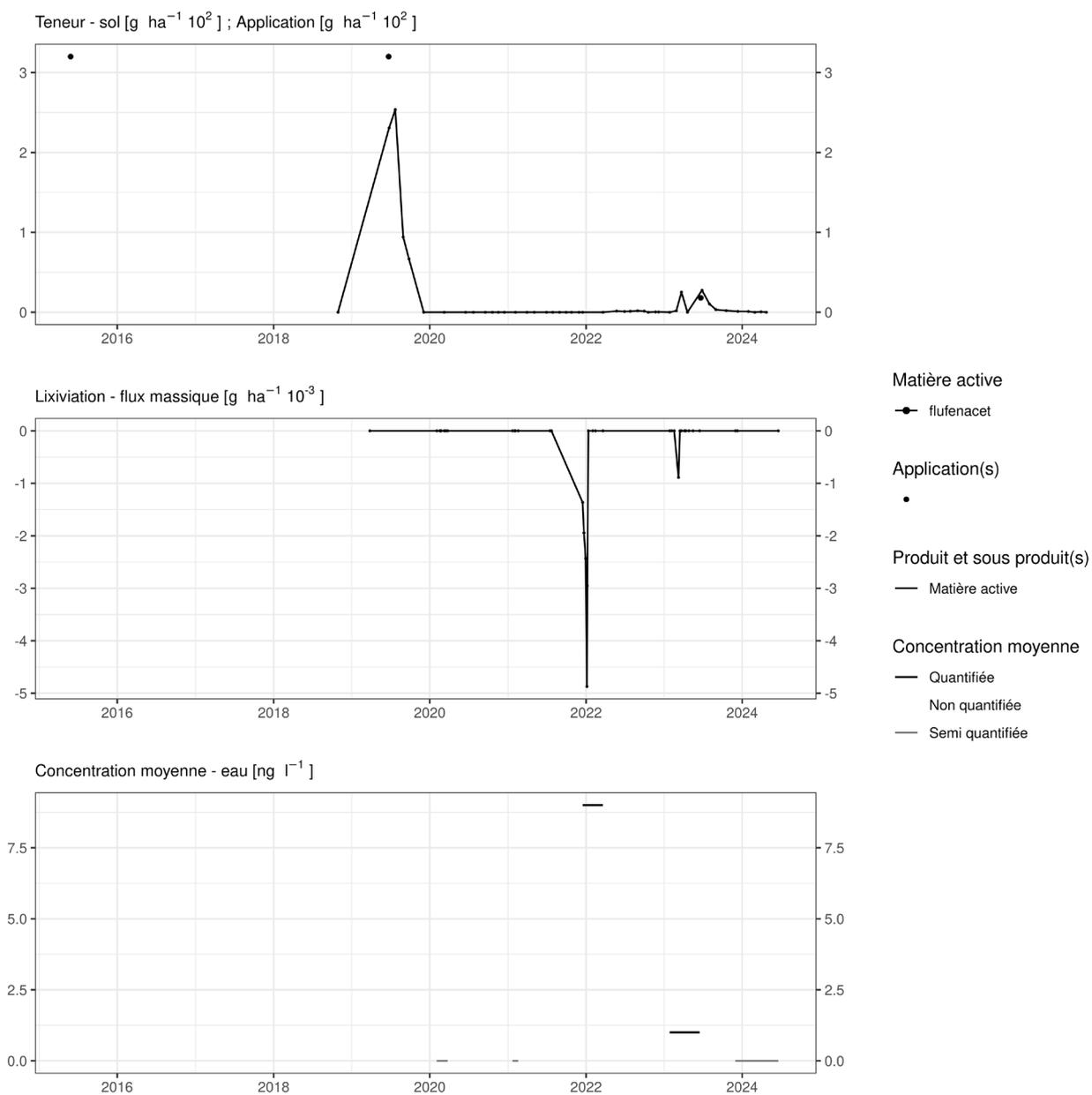


Figure 146. Applications et suivi de la teneur en flufenacet dans la parcelle SR16.

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active ainsi que ses métabolites sont suivis dans les eaux souterraines. Généralement, la concentration moyenne en flufenacet est inférieure à 10 ng.L<sup>-1</sup>. Un seul site présente une concentration moyenne supérieure à 100 ng.L<sup>-1</sup> (figure 147).

Les métabolite ESA est un peu plus présents dans les eaux souterraines car huit des 660 sites suivis présentent une concentration supérieure à 100 ng.L<sup>-1</sup> (figure 148).

Enfin, le métabolite OA présente un comportement similaire à la matière active, tant en termes de concentration médiane qu'en terme de nombre de site présentant une concentration moyenne supérieure à 100 ng.L<sup>-1</sup> (figure 149).

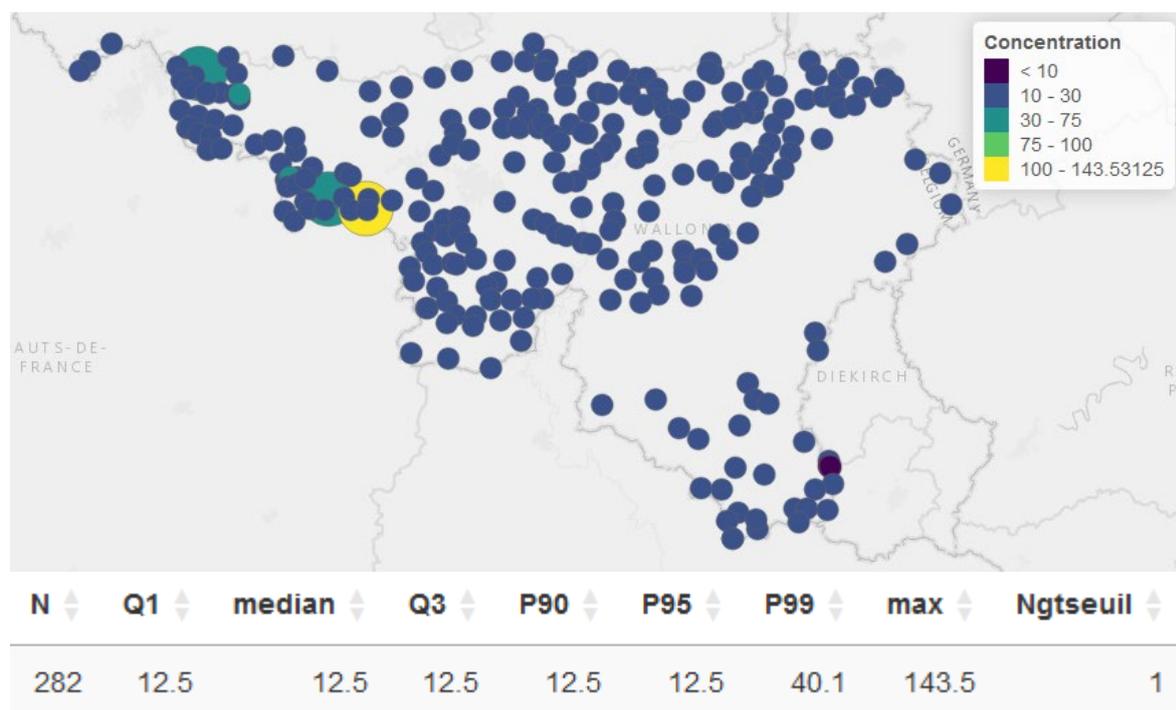


Figure 147. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en flufenacet observées dans les eaux souterraines.

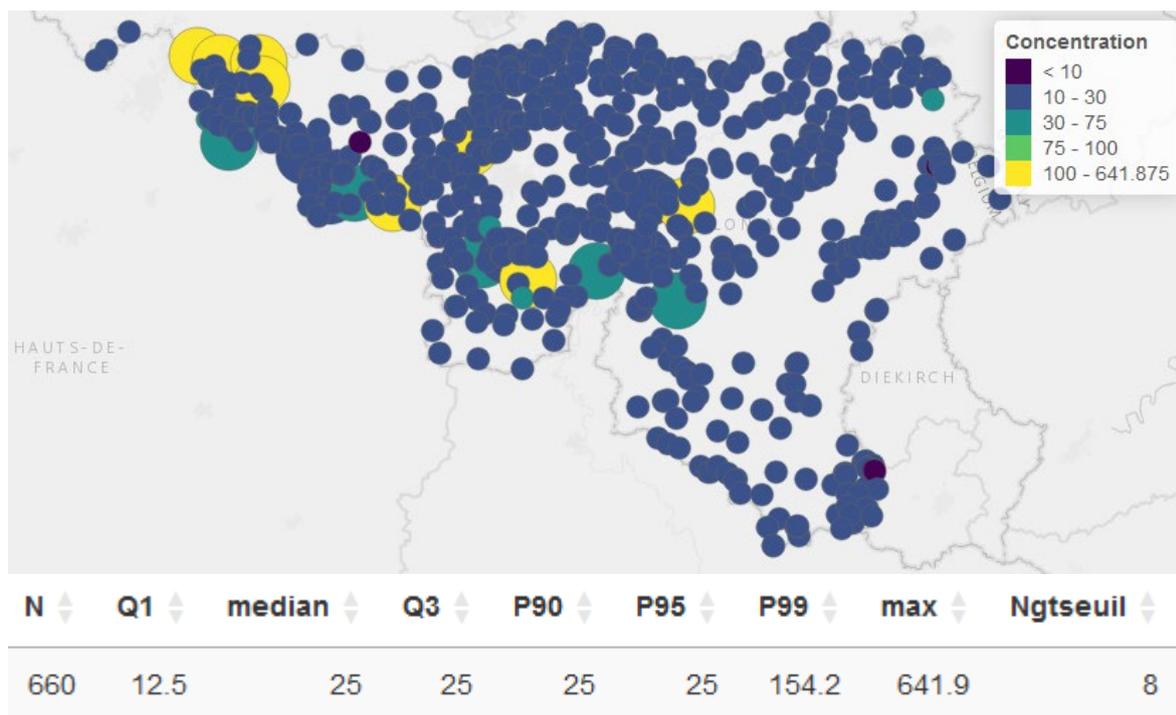


Figure 148. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles ( $\text{ng.L}^{-1}$ ) en flufenacet ESA observées dans les eaux souterraines.

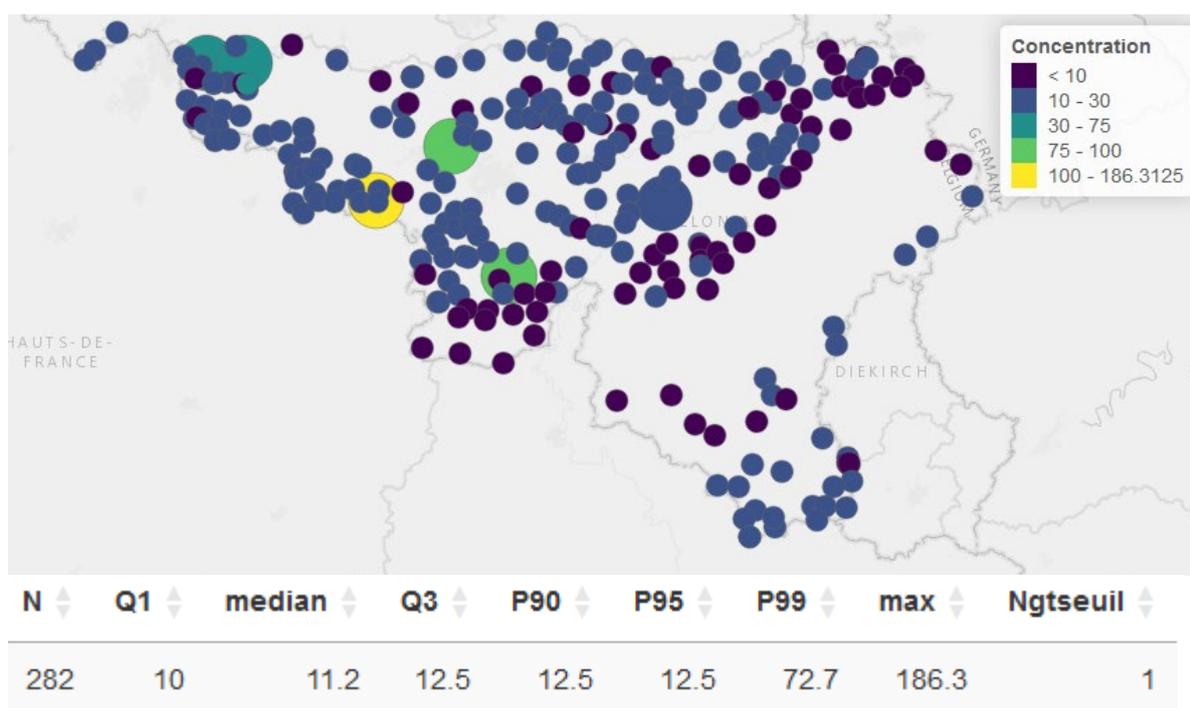


Figure 149. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles ( $\text{ng.L}^{-1}$ ) en flufenacet OA observées dans les eaux souterraines.

## 14.25 Fluopicolide

Le fluopicolide est un fongicide utilisé pour la culture de la pomme de terre. Cette matière active n'est suivie ni dans le sol ni dans l'eau. Par contre, son métabolite, le 2-6 dichlorobenzamide (BAM), par ailleurs également métabolite de l'herbicide dichlobenil interdit depuis le milieu des années 2000, est suivi tant dans le sol que dans l'eau.

### **SOL**

La parcelle Haute Bova (figure 150) n'a pas été traitée avec cette matière active depuis 2010 (aucune information n'est connue avant cette date). Le BAM n'a jamais été détecté sur cette parcelle.

Sur la parcelle Chemin de fer (figure 151), deux apports totalisant environ 135 g.ha<sup>-1</sup> ont été réalisés au cours de l'été 2019. La concentration en BAM dans le sol, observées dans les semaines qui suivirent et jusque début 2023, est de l'ordre de 5 g.ha<sup>-1</sup>. A partir du printemps 2023, le BAM n'a plus été détecté sur cette parcelle.

Sur la parcelle Bovenistier (figure 152), quatre apports totalisant environ 350 g.ha<sup>-1</sup> ont été réalisés au cours de l'été 2021. La concentration en BAM dans le sol, observées dans les semaines qui suivirent et jusque début 2023, est de l'ordre de 20 g.ha<sup>-1</sup>.

Sur la parcelle Sole 4 (figure 153), un apport de 100 g.ha<sup>-1</sup> a été réalisé au cours de l'été 2020. Aucun autre apport n'est renseigné entre 2010 et 2020. La concentration en BAM dans le sol est, depuis 2018, stable et de l'ordre de 5 g.ha<sup>-1</sup>.

Les parcelles Sol-Résidus n'ont jamais reçu de traitement à base de fluopicolide. Le BAM n'a également jamais été détecté sur cette parcelle.

### **EAU**

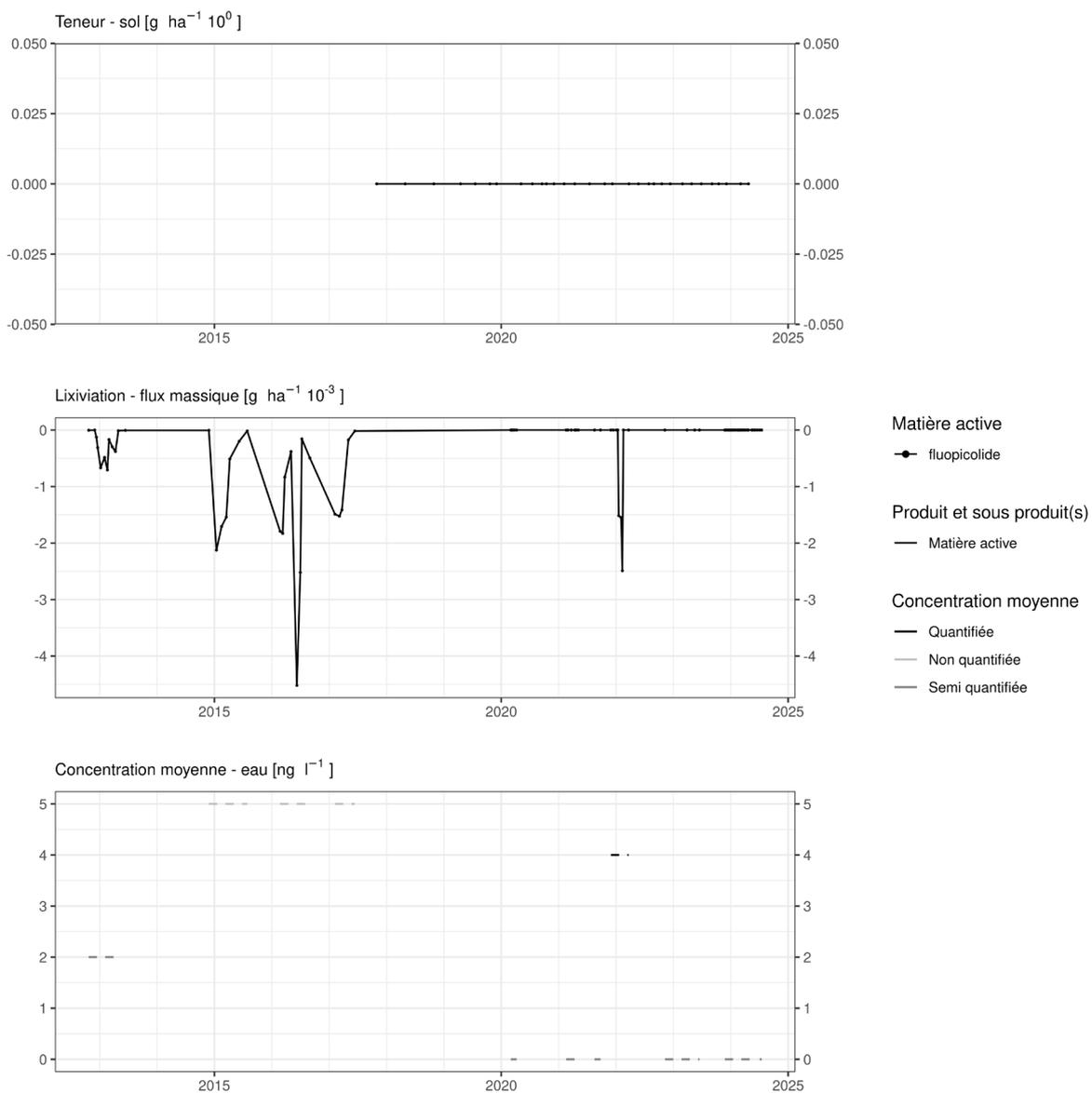
Sur la parcelle Haute Bova dont les éventuels traitements sont antérieurs à 2010, des flux massiques de l'ordre de quelques millièmes de g.ha<sup>-1</sup> sont observés dans les échantillons d'eau collectés à l'exutoire du lysimètre. Ces flux génèrent des concentrations moyennes de l'ordre de quelques ng.L<sup>-1</sup>.

Sur la parcelle Chemin de fer, qui a fait l'objet de deux traitements en 2019 et sans doute d'autres antérieurement à 2010, l'analyse des échantillons d'eau révèle régulièrement des flux massiques de de l'ordre du dixième de g.ha<sup>-1</sup>. Ces flux génèrent des concentrations moyennes de l'ordre de quelques centaines de ng.L<sup>-1</sup>.

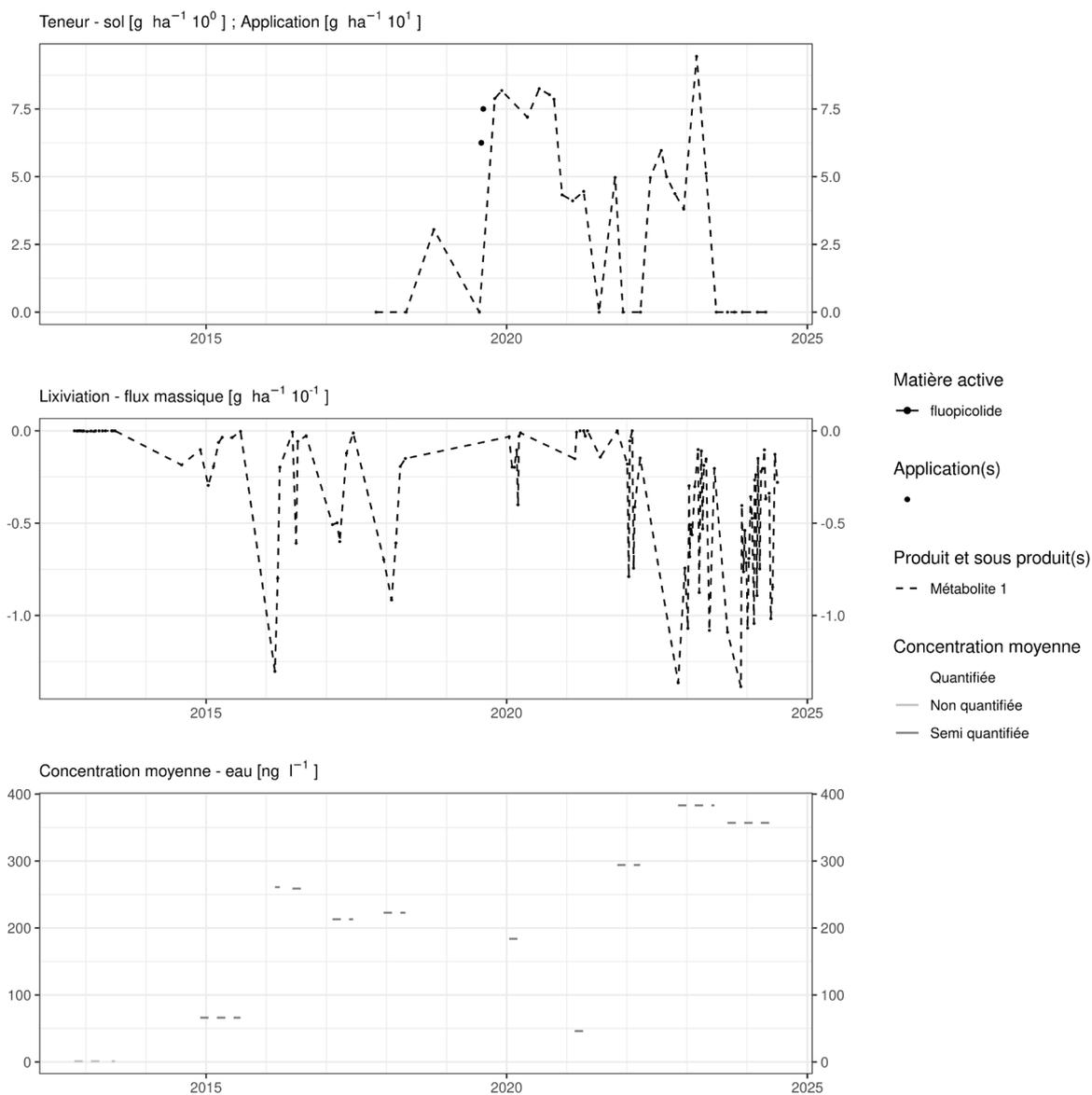
Sur la parcelle Bovenistier, les apports réalisés en 2014 et 2021 ont eu les mêmes conséquences sur la qualité de l'eau que ceux observés sur la parcelle Chemin de fer.

Sur la parcelle Sole 4, la concentration en BAM a augmenté depuis 2021 pour atteindre, au cours de la période de percolation 2023-2024, une concentration moyenne de l'ordre de 250 ng.L<sup>-1</sup>.

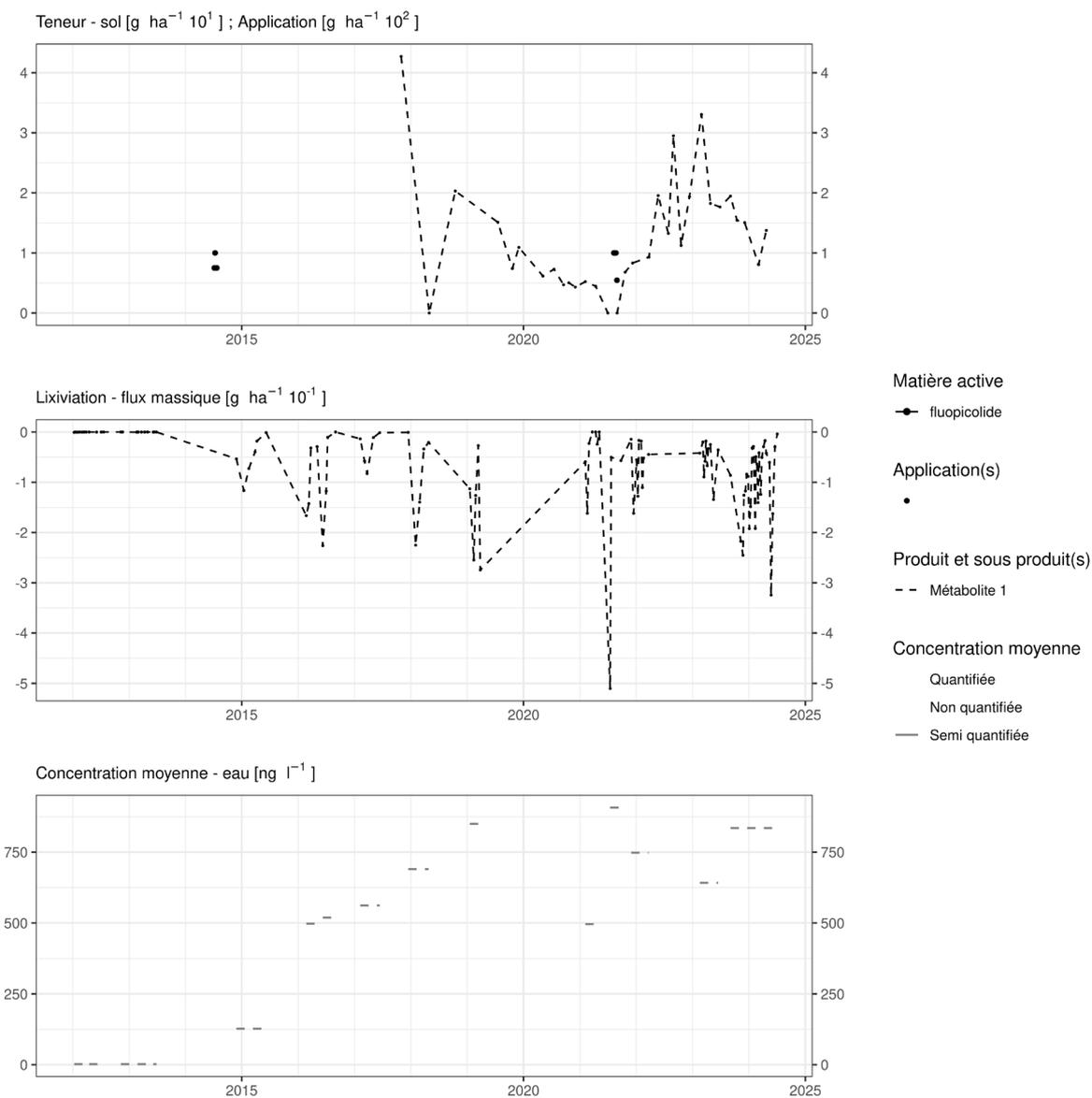
Dans les quatre parcelles Sol-Résidus, il n'y a jamais eu d'application de fluopicolide. La concentration en BAM dans le sol et dans l'eau de percolation est nulle.



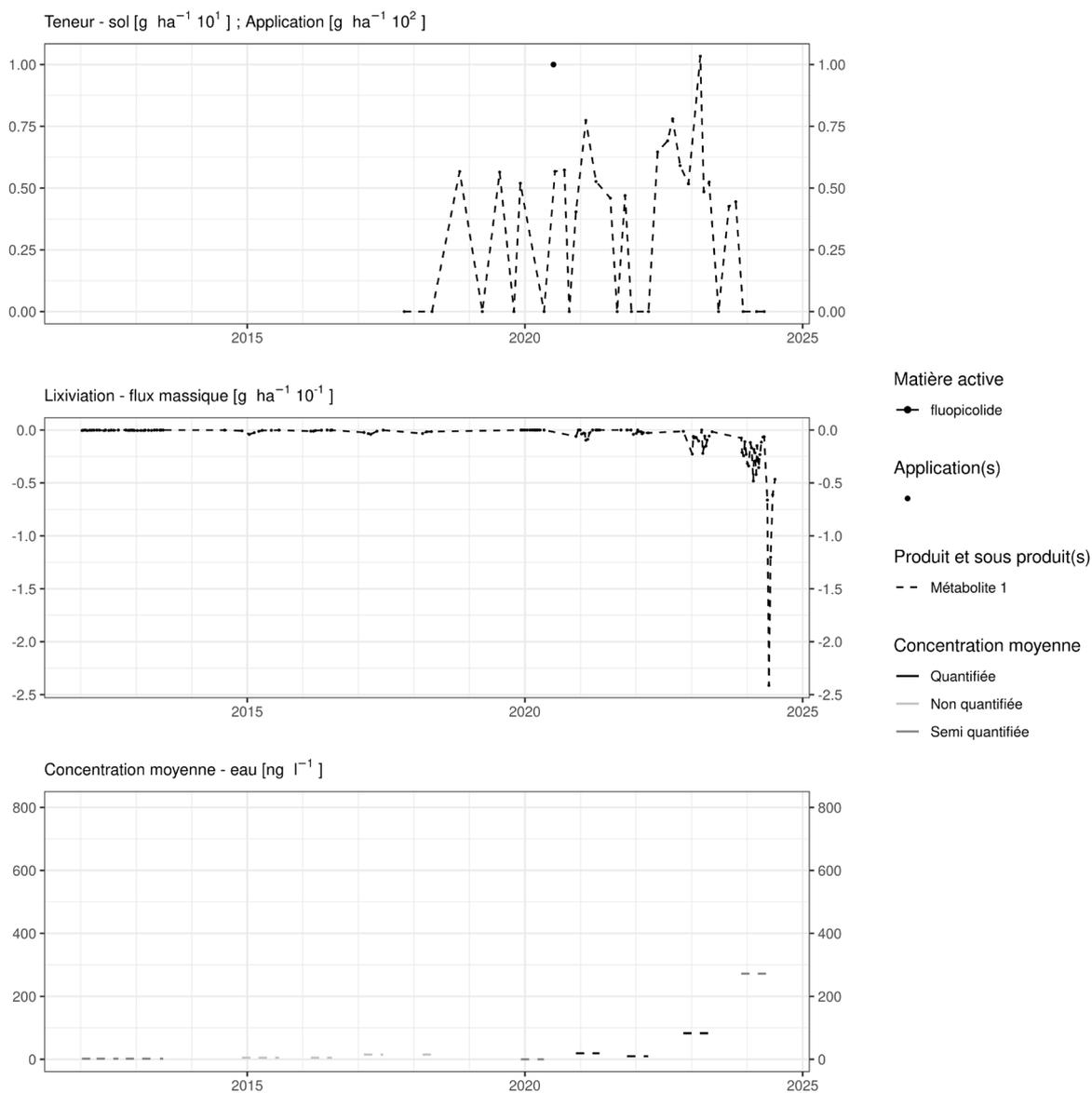
**Figure 150. Applications de fluopicolide et suivi de la teneur en 2-6 dichlorobenzamide (BAM) dans la parcelle Haute Bova.**



**Figure 151. Applications de fluopicolide et suivi de la teneur en 2-6 dichlorobenzamide (BAM) dans la parcelle Chemin de fer.**



**Figure 152. Applications de fluopicolide et suivi de la teneur en 2-6 dichlorobenzamide (BAM) dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 153. Applications de fluopicolide et suivi de la teneur en 2-6 dichlorobenzamide (BAM) dans la parcelle Sole 4.**

## EAU SOUTERRAINE

Le fluopicolide n'est pas suivi dans l'eau souterraine.

Le 2-6 dichlorobenzamide (BAM), métabolite de cette matière active mais également du dichlobenil est par contre suivi dans les eaux souterraines. La figure 154 illustre sa présence dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 1040 ouvrages suivis, quatre présentent une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil (500 ng.L<sup>-1</sup>).

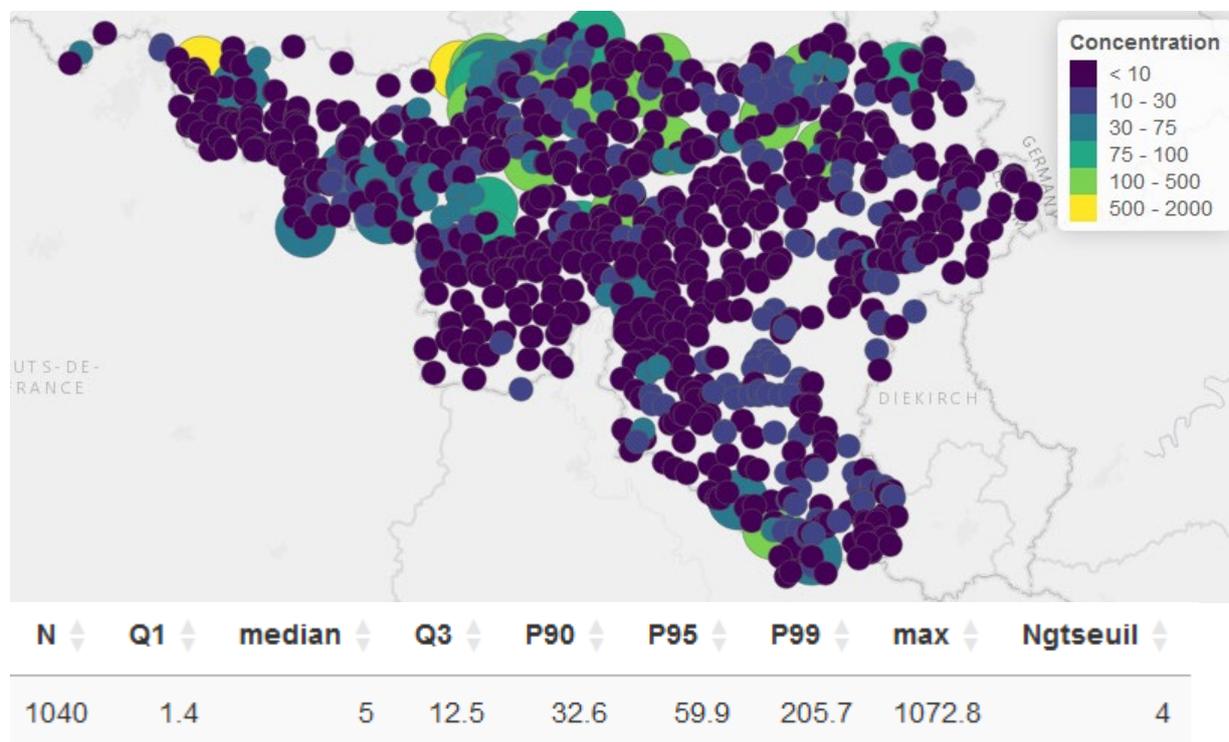


Figure 154. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en 2-6 dichlorobenzamide (BAM) observées dans les eaux souterraines.

## 14.26 Fluopyram

Le fluopyram est un fongicide SDHI utilisé sur culture de haricot dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette matière active est suivie dans le sol depuis mai 2020 avec une LOQ de  $0.1 \mu\text{g.kg}^{-1}$  puis de  $0.5 \mu\text{g.kg}^{-1}$  à partir de mai 2022. Sa DT50 est de 118.8 jours dans le sol.

Quelques semaines après un traitement, les observations (figure 155 et figure 157) sont les suivantes :

- sur la parcelle Chemin de fer, un apport de  $150 \text{ g.ha}^{-1}$  au printemps 2022 conduit à une augmentation similaire de la concentration dans le sol. Une augmentation de la concentration est encore observée suite à un apport de  $200 \text{ g.ha}^{-1}$  réalisé au cours de l'été 2023 : le stock dans le sol devient équivalent aux deux apports réalisés ;
- sur la parcelle Bovenistier, un apport de  $150 \text{ g.ha}^{-1}$  réalisé au printemps 2023 augmente le stock dans le sol d'une quantité équivalente ;
- sur la parcelle Sole 4, un apport de  $150 \text{ g.ha}^{-1}$  au printemps 2022 conduit à une augmentation quasiment double (inexpliquée) de l'apport ;

Quelques années (3-4 ans) après un traitement, les observations (figures 155 et 156) sont les suivantes :

- sur la parcelle Chemin de fer, un apport de  $200 \text{ g.ha}^{-1}$  réalisé en 2017 conduit en 2020 à une concentration dans le sol dans l'ordre d'une centaine de grammes par hectare et en 2021 à une concentration dans le sol de l'ordre de  $75 \text{ g.ha}^{-1}$ ;
- sur la parcelle Bovenistier, un apport de  $200 \text{ g/ha}$  réalisé en 2018 conduit à une concentration dans le sol de l'ordre de  $75 \text{ g.ha}^{-1}$  trois ans après l'application.

Les résultats d'analyses de sol réalisées sur la parcelle Sole 4 ne sont pas expliqués (une autre SDHI est utilisée par l'agriculteur pour protéger sa culture de froment).

### **EAU**

Cette molécule est suivie dans l'eau depuis janvier 2022 avec une LOQ de  $0.05 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice de lixiviation GUS est de 3.23.

Cette matière active a été détectée dans des échantillons d'eau collectés aux exutoires des lysimètre. Les flux massiques n'excèdent pas trois centièmes de  $\text{g.ha}^{-1}$  ; ils conduisent à une concentration moyenne pouvant atteindre  $20 \text{ ng.L}^{-1}$ .

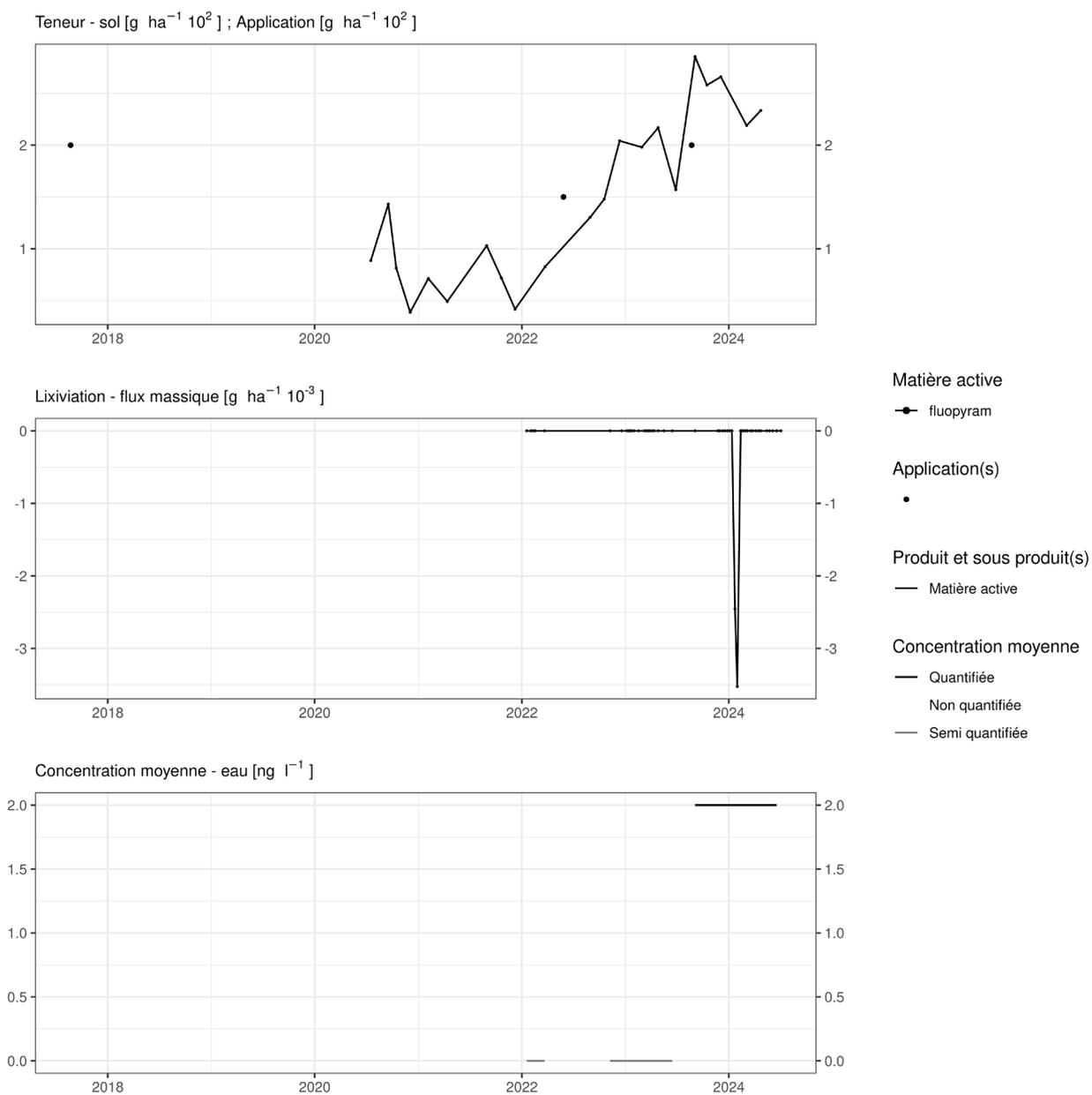
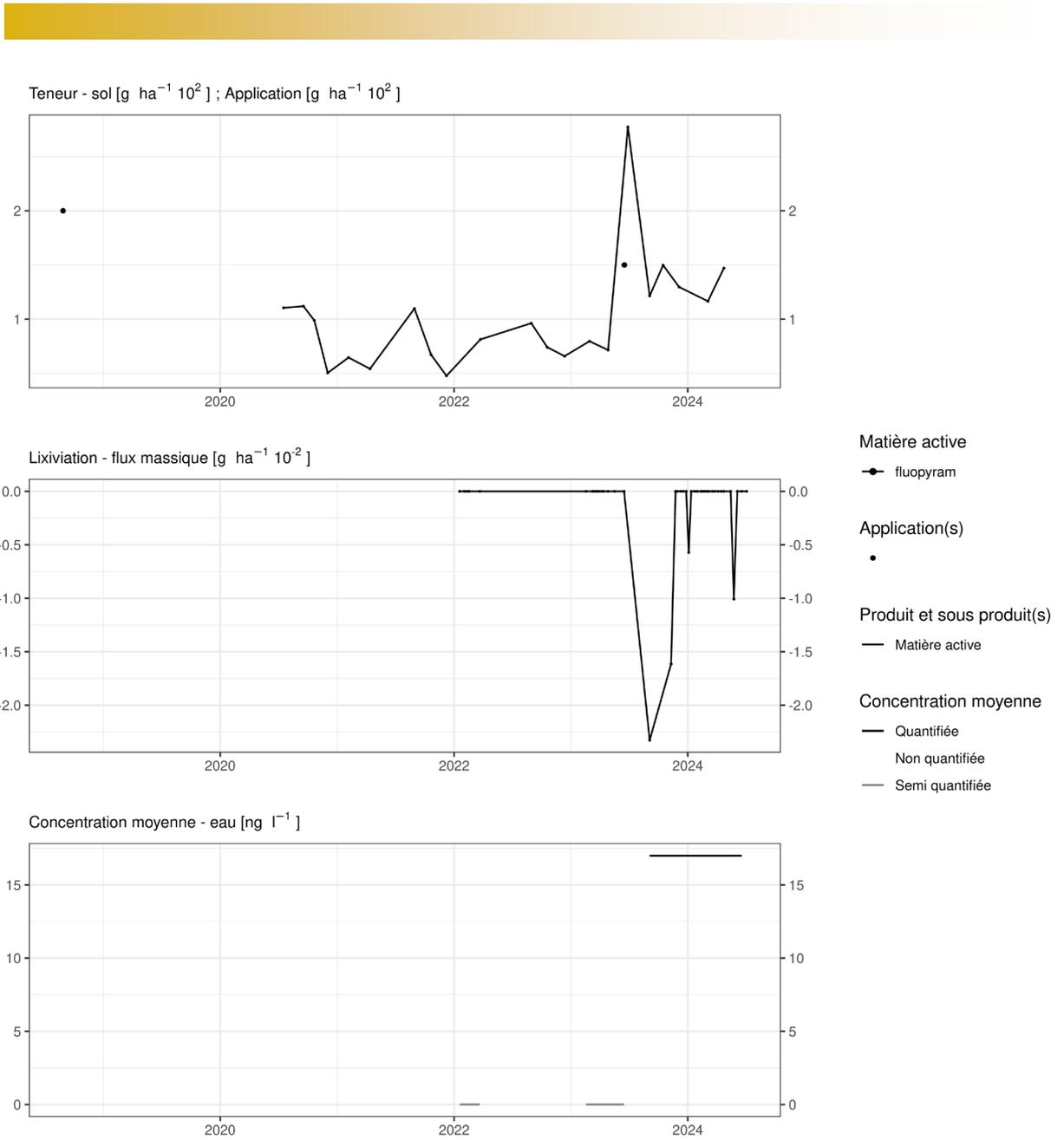
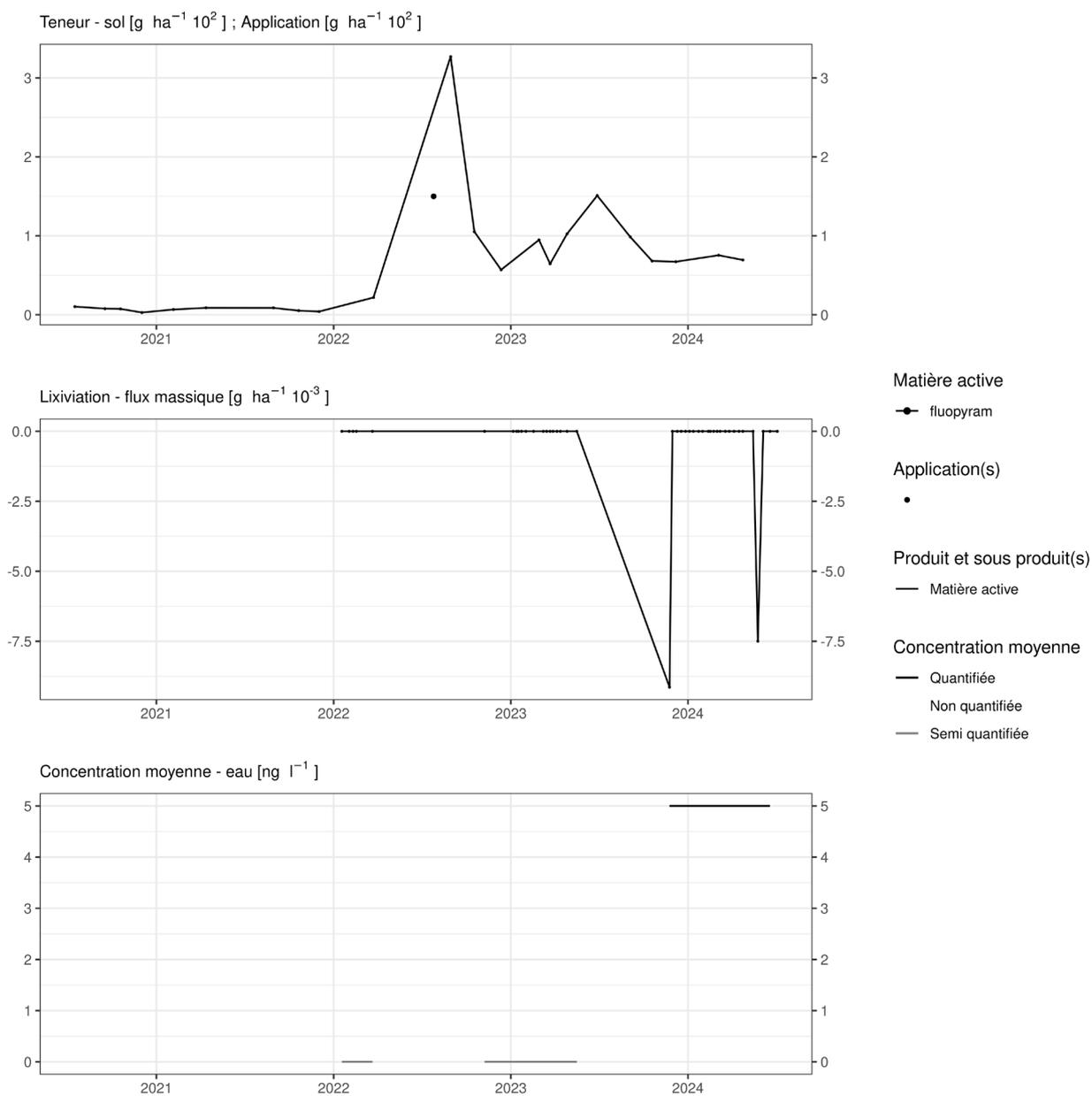


Figure 155. Applications et suivi de la teneur en fluopyram dans la parcelle Chemin de fer.



**Figure 156. Applications et suivi de la teneur en fluopyram dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 157. Applications et suivi de la teneur en fluopyram dans la parcelle Sole 4.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.27 Fluxapyroxad

Le fluxapyroxad est un fongicide utilisé sur culture de froment dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette matière active est suivie dans le sol depuis mai 2020 avec une LOQ de  $0.7 \mu\text{g.kg}^{-1}$  puis, à partir de mai 2022, de  $1 \mu\text{g.kg}^{-1}$ . Elle a une DT50 de 181.5 jours dans le sol.

Quelques semaines après un traitement, les observations sont les suivantes :

- sur la parcelle Bovenistier (figure 159), un apport de  $75 \text{ g.ha}^{-1}$  au printemps 2022 laisse une concentration équivalente dans le sol ;
- sur la parcelle Sole 4 (figure 157), un apport de  $65 \text{ g.ha}^{-1}$  au printemps 2023 augmente le stock dans le sol d'une quantité équivalente.

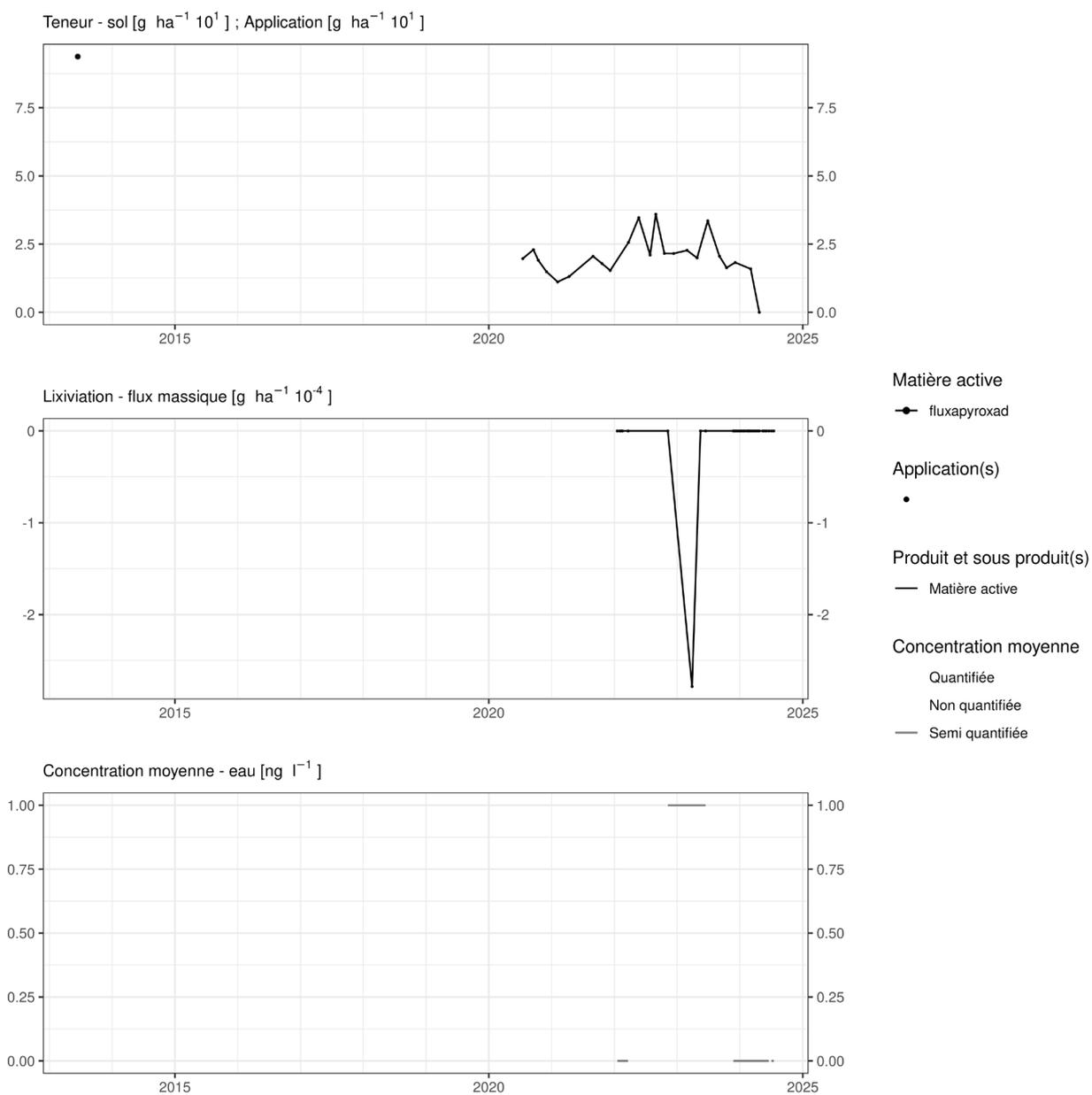
Quelques années après un traitement, les observations sont les suivantes :

- sur la parcelle Haute Bova (figure 158), l'apport d'environ  $90 \text{ g.ha}^{-1}$  réalisé en 2013 laisse, entre 2021 et 2024, une concentration dans le sol de l'ordre d'une vingtaine de grammes par hectare ;
- sur la parcelle Sole 4 (figure 160), deux apports (réalisés en 2017 et 2019) totalisant près de  $200 \text{ g.ha}^{-1}$  conduisent entre 2021 et début 2023 à une concentration d'environ  $60 \text{ g.ha}^{-1}$ .

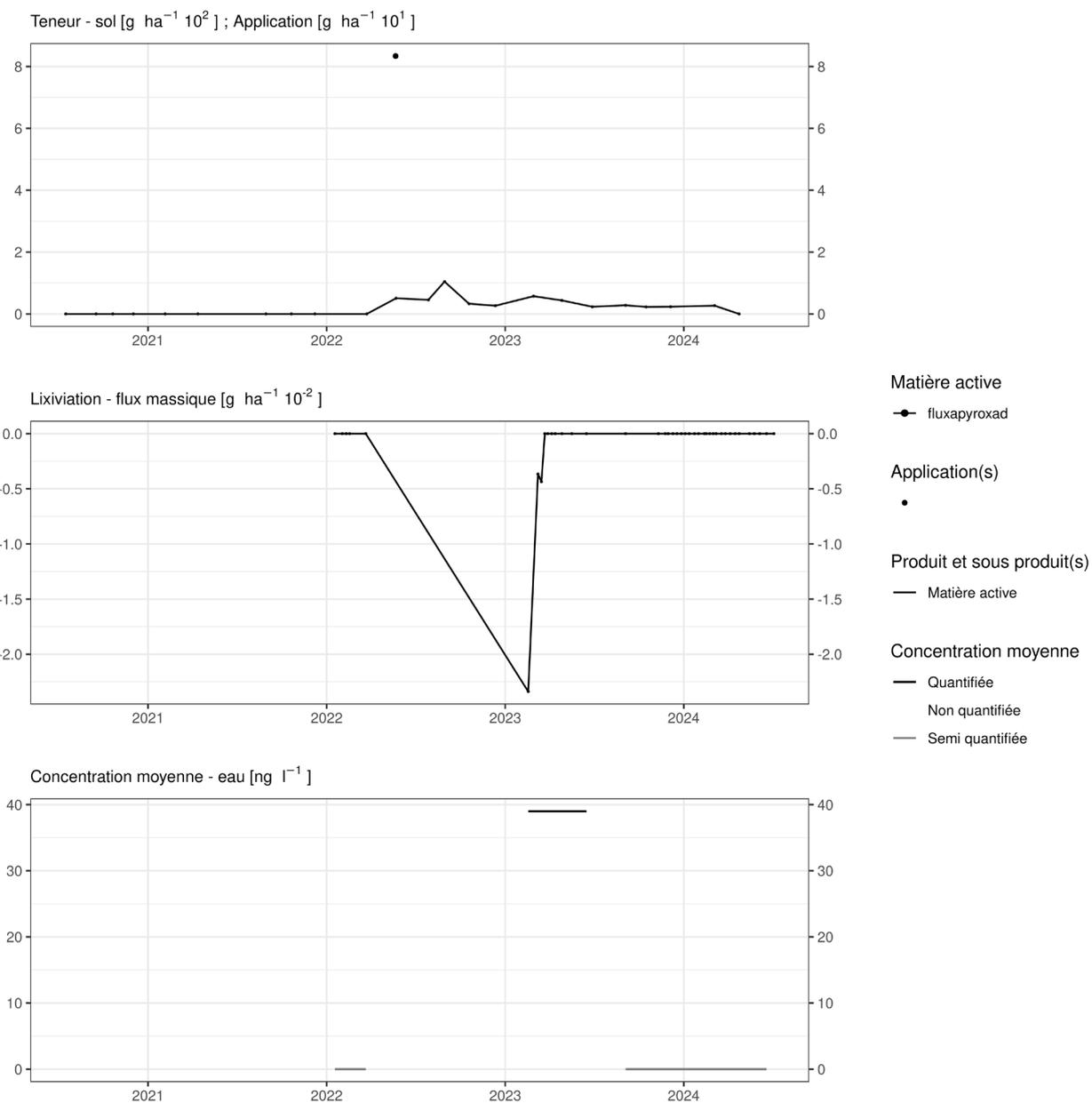
### **EAU**

Cette molécule est suivie dans l'eau depuis janvier 2022 avec une LOQ de  $0.05 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice de lixiviation GUS est de 2.57.

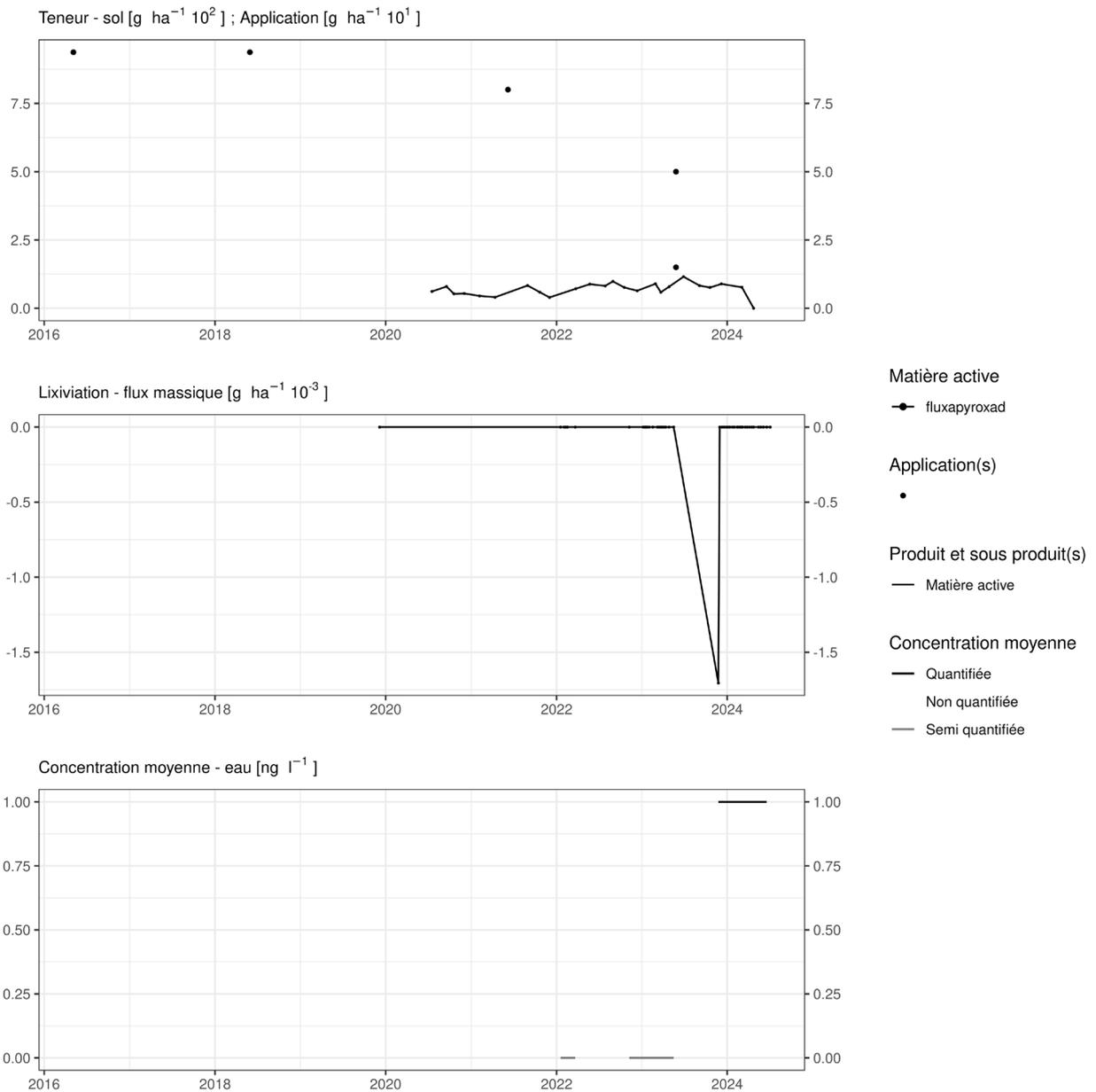
Cette matière active a été quantifiée à deux reprises dans les échantillons d'eau collectés aux exutoires des lysimètres. Les concentrations moyennes de saisons de drainage sont généralement inférieures à la LOQ à l'exception de la parcelle Bovenistier, au cours de la période de percolation 2022-2023 où la concentration moyenne a atteint près de  $40 \text{ ng.L}^{-1}$ .



**Figure 158. Applications et suivi de la teneur en fluxapyroxad dans la parcelle Haute Bova.**



**Figure 159. Applications et suivi de la teneur en fluxapyroxad dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 160. Applications et suivi de la teneur en fluxapyroxad dans la parcelle Sole 4.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il est recommandé de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.28 Halauxifen-methyl

L'halauxifen-methyl est un herbicide essentiellement utilisé en culture de céréale.

### **SOL**

Cette matière active est suivie dans le sol depuis mai 2023 avec une LOQ de 0.25  $\mu\text{g.kg}^{-1}$ . Elle a une DT50 de 43 jours dans le sol.

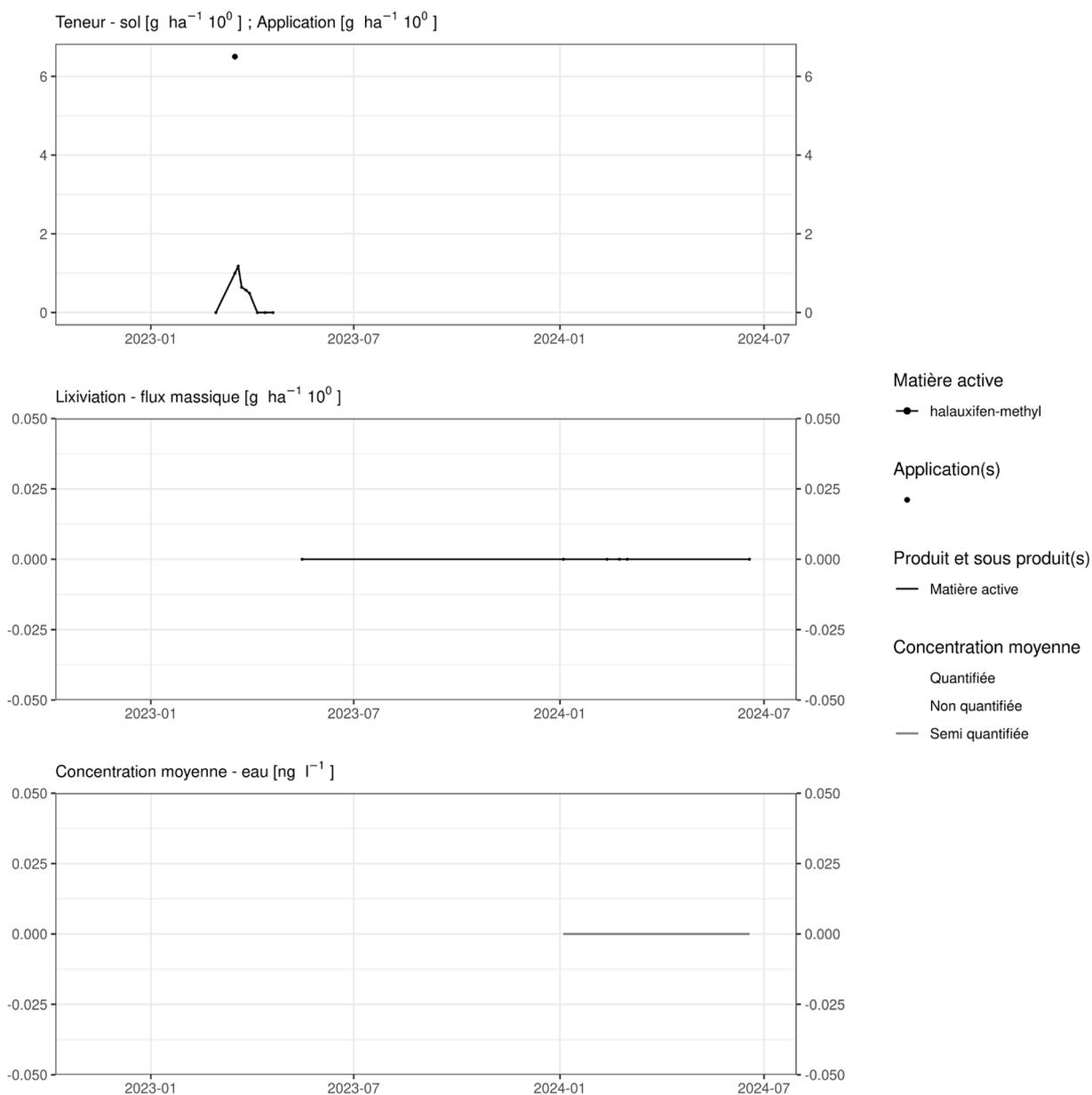
Quelques jours après un traitement réalisé au printemps 2023, les observations (figure 161 à figure 164) indiquent qu'environ la moitié de la quantité apportée ( $65 \text{ g.ha}^{-1}$ ) est retrouvée dans le sol.

Quelques semaines après ce traitement, la matière active n'est quasiment plus détectée.

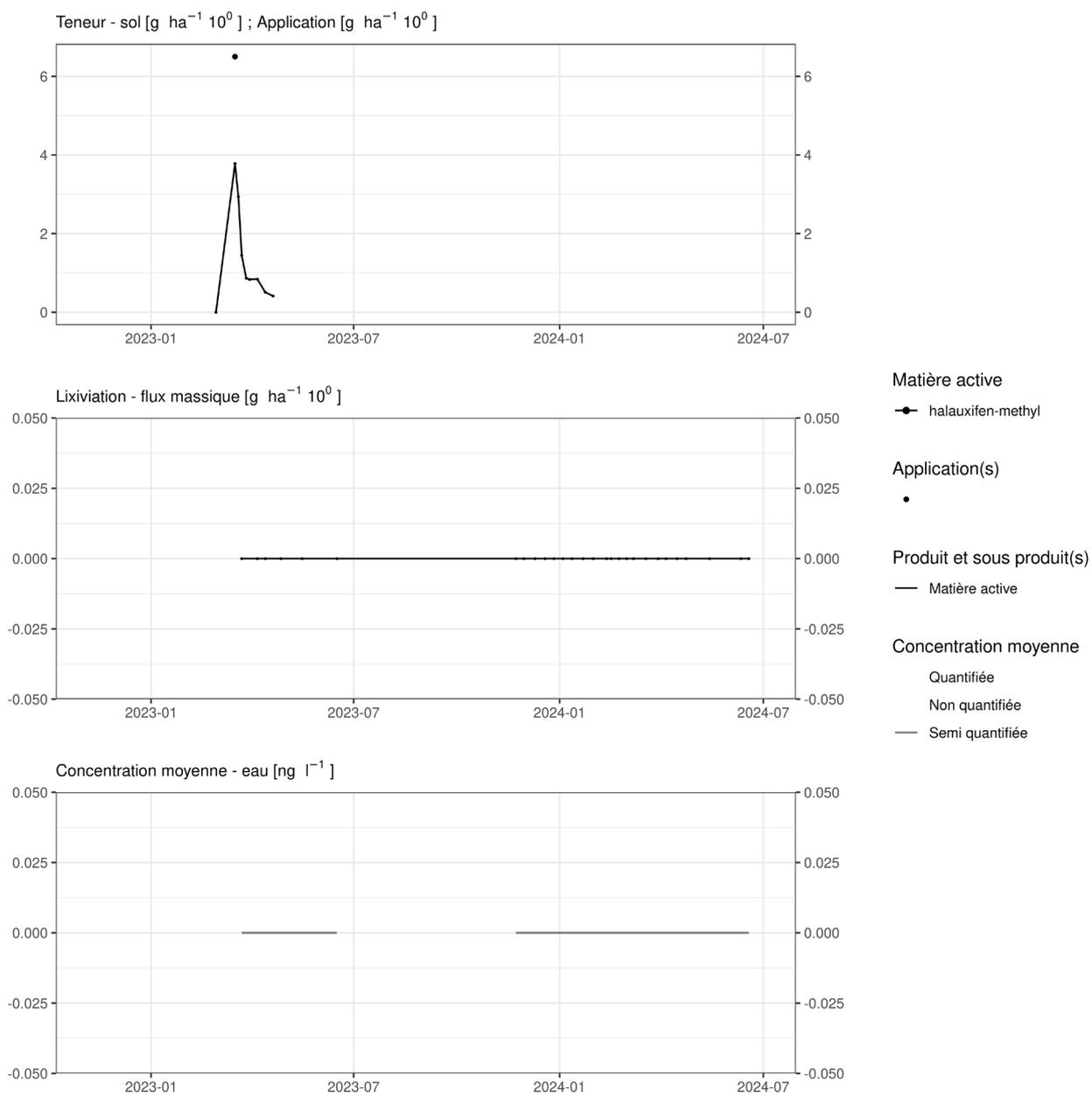
### **EAU**

Cette molécule est suivie dans l'eau depuis 2023 avec une LOQ de 0.05  $\mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice de lixiviation GUS est de 1.64.

Cette matière active n'a jamais été quantifiée dans les échantillons d'eau collectés aux exutoires de ces quatre lysimètres au cours de la période de percolation (particulièrement importante) qui a suivi.



**Figure 161. Applications et suivi de la teneur en halauxifen-methyl dans la parcelle SR4.**



**Figure 162. Applications et suivi de la teneur en halauxifen-methyl dans la parcelle SR8.**

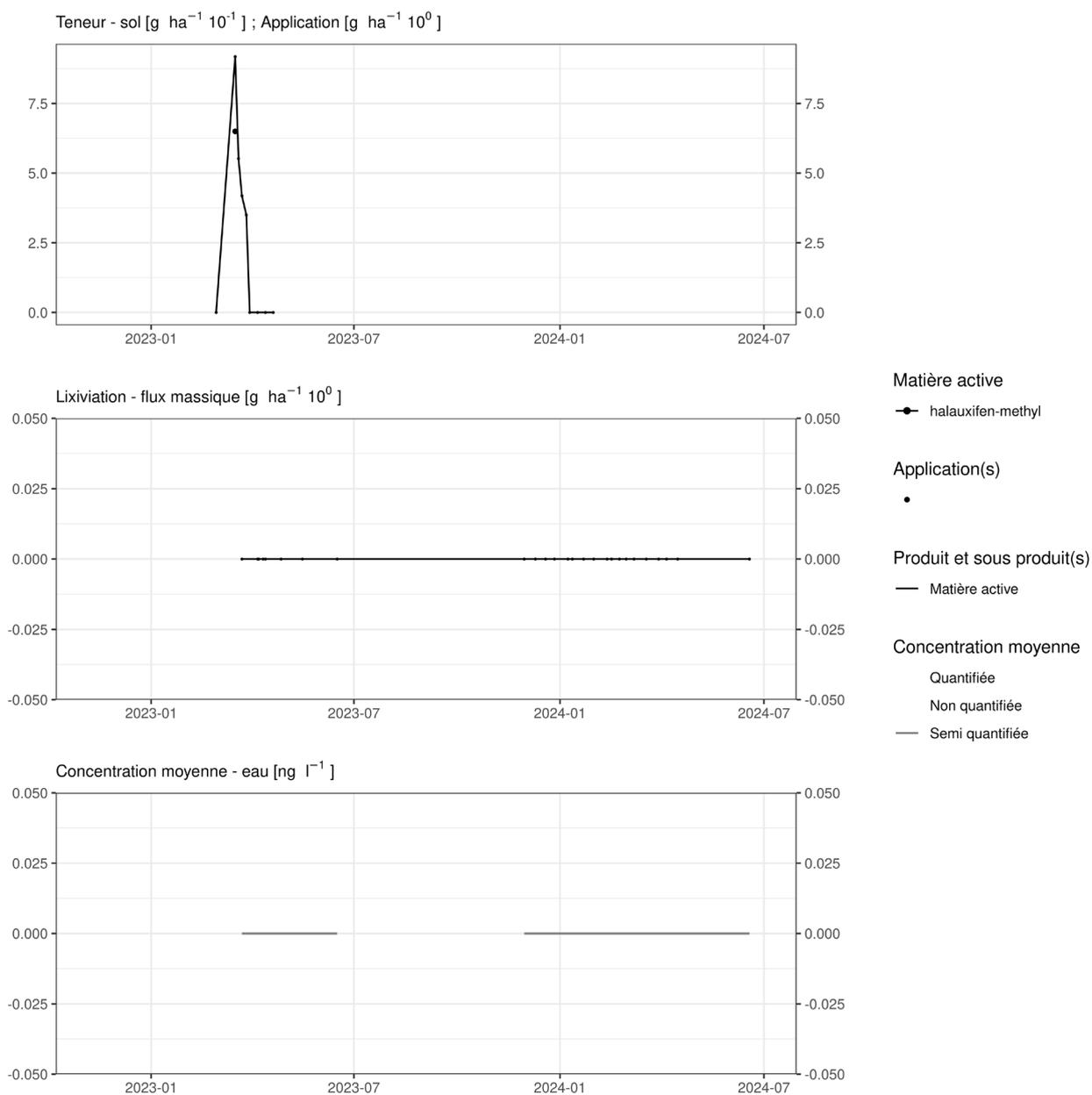
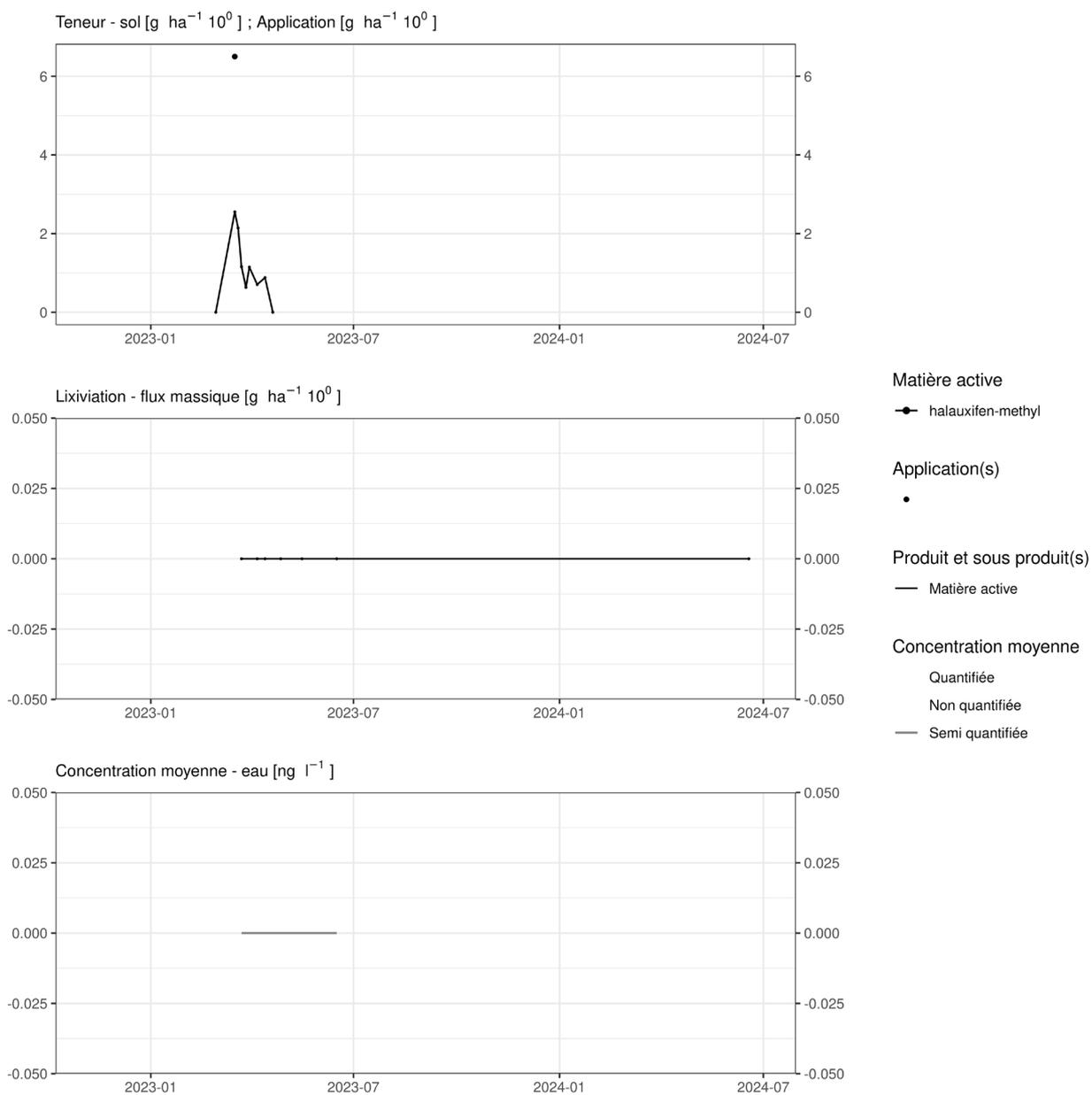


Figure 163. Applications et suivi de la teneur en halauxifen-methyl dans la parcelle SR12.



**Figure 164. Applications et suivi de la teneur en halauxifen-methyl dans la parcelle SR16.**

### EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.29 Imidaclopride

L'imidaclopride est un insecticide utilisé sur pépinière d'arbres fruitiers dans une parcelle équipée d'un lysimètre. Cette molécule est interdite d'utilisation en Europe depuis 2019.

### **SOL**

Cette matière active a été suivie dans le sol entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de  $10.7 \mu\text{g.kg}^{-1}$ . Cette LOQ est très élevée et ne permet donc pas de réaliser des observations fines. L'imidacloprid a cependant un temps de demi-vie dans le sol (DT50) long, puisqu'il est de 174 jours.

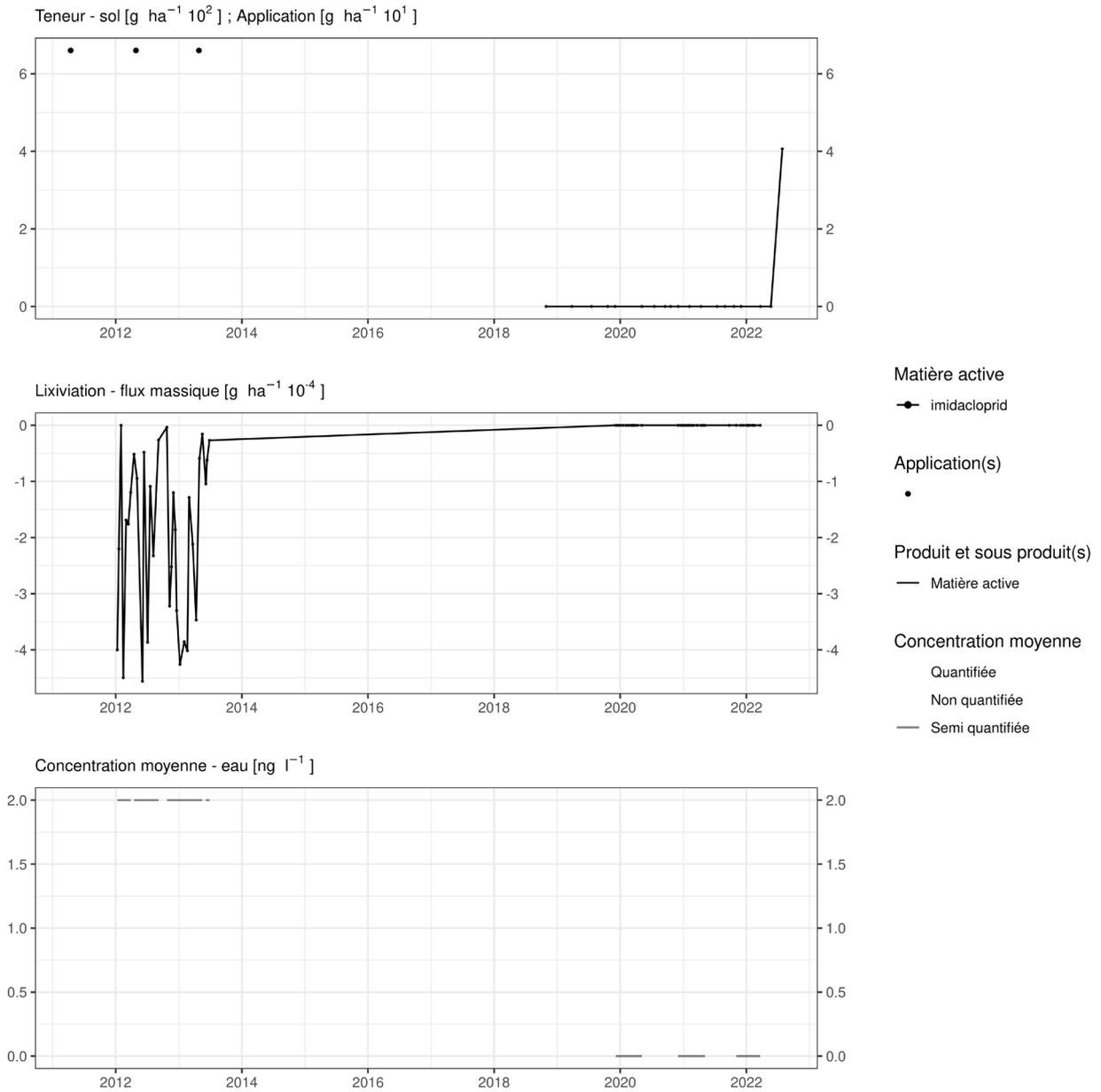
Deux apports de  $66 \text{ g.ha}^{-1}$  g/ha ont été réalisés en 2011 et 2012 sur la parcelle Sole 4 (figure 165).

### **EAU**

Cette molécule a été suivie dans l'eau entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de  $0.03 \mu\text{g.L}^{-1}$ . On indice GUS est de 3.69.

Le flux de cette matière active (analyses réalisées par la SWDE) au cours des périodes de lixiviation 2011-2012 et 2012-2013 est de l'ordre de  $0,005 \text{ g.ha}^{-1}$ .

Les analyses d'eau réalisées depuis 2018 n'ont pas décelé cette matière active au-delà de la LOQ.



**Figure 165. Applications et suivi de la teneur en imidaclopride dans la parcelle Sole 4.**

Les autres parcelles équipées d'un lysimètres n'ont pas reçu de traitement de cette matière active depuis 2010 (Hesbaye) et 2005 (Sol-Résidus).

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines.

La figure 166 illustre sa présence dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 598 ouvrages suivis, aucun ne présente une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil (100 ng.L<sup>-1</sup>).

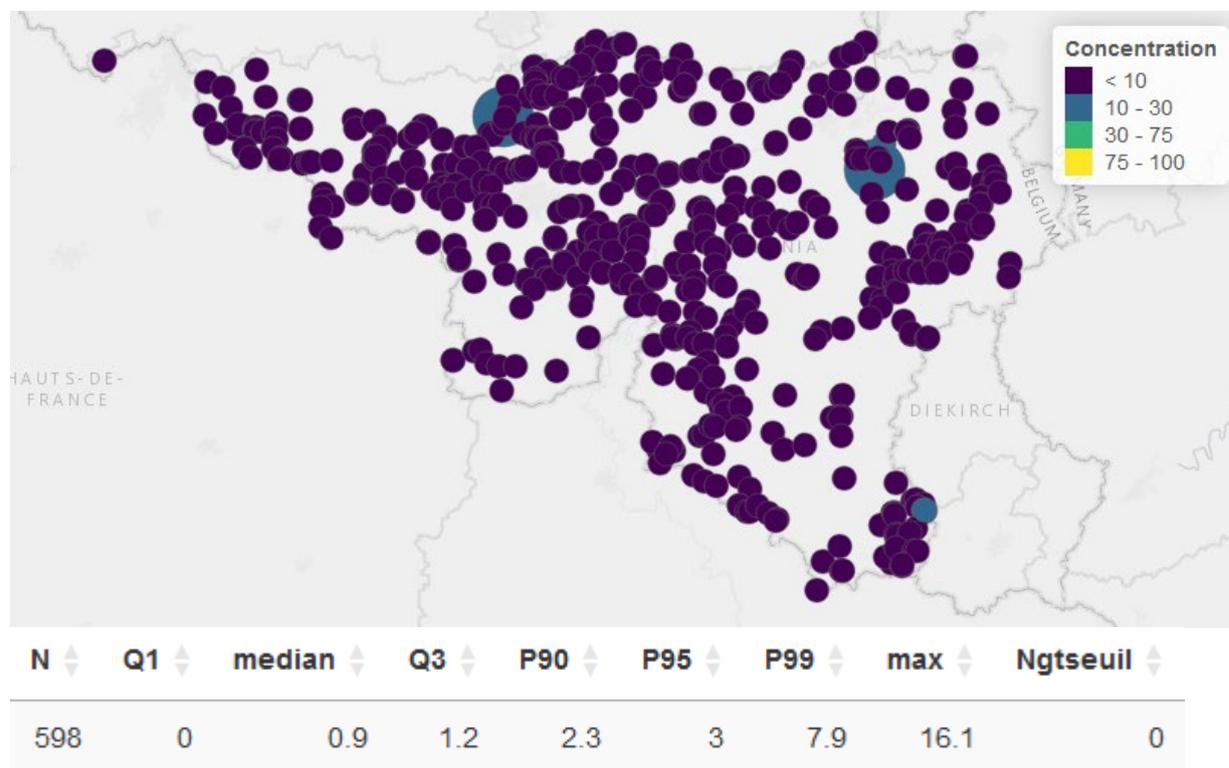


Figure 166. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en imidaclopride observées dans les eaux souterraines.

## 14.30 Iodosulfuron methyl sodium

L'iodosulfuron methyl sodium est un herbicide essentiellement utilisé sur céréales dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

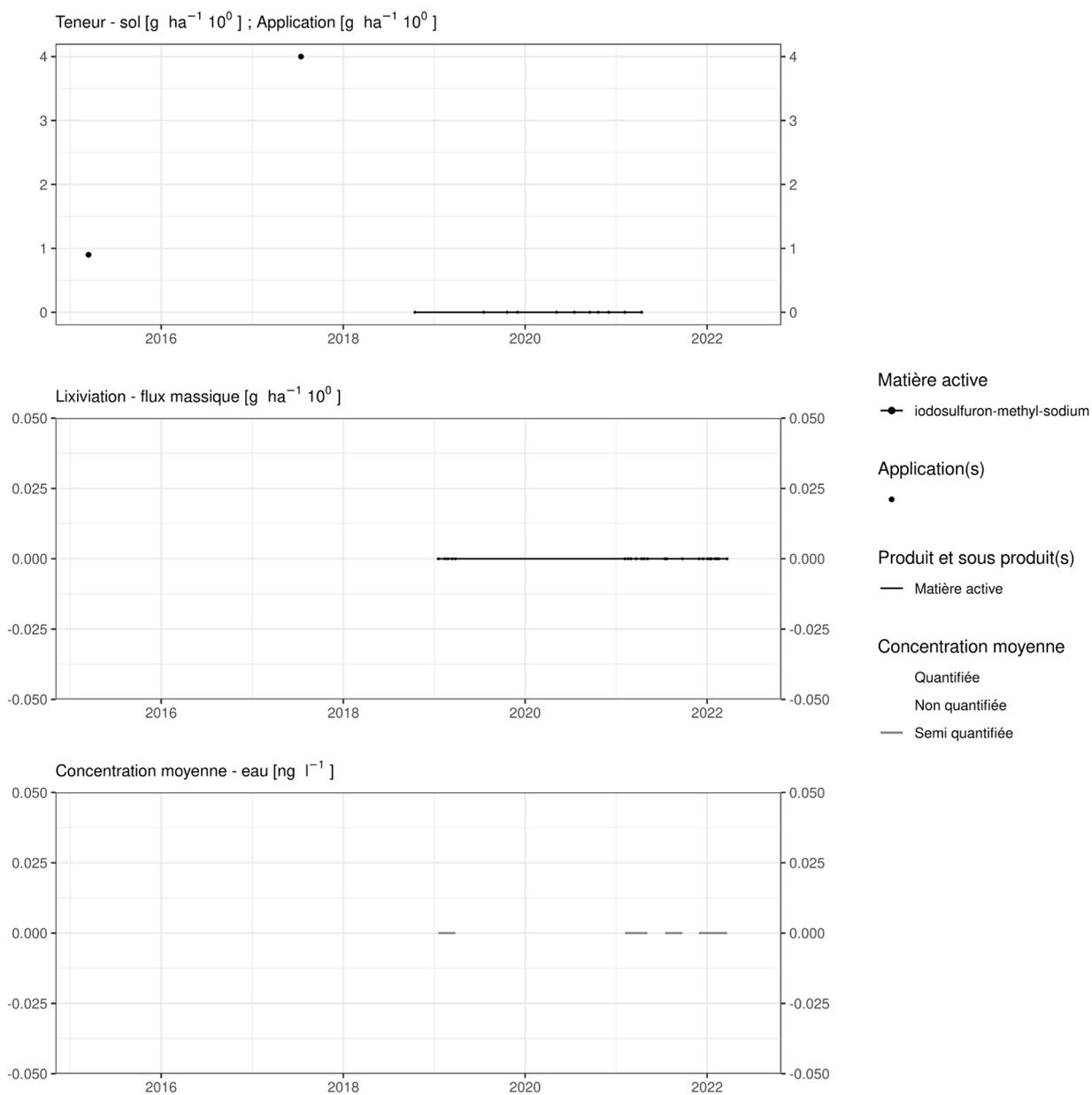
### **SOL**

Cette matière active est suivie dans le sol entre mai 2019 et mai 2022 avec une LOQ de  $2.3 \mu\text{g.kg}^{-1}$ . Elle a une DT50 de 2.7 jours dans le sol. Au cours de cette période, elle n'a jamais été quantifiée dans les échantillons de sol prélevés dans les six parcelles où elle a été utilisée (figure 167 à figure 172).

### **EAU**

Cette molécule est suivie dans l'eau depuis 2018 et mai 2022 avec une LOQ de  $0.02 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice de lixiviation GUS est de 1.19.

Cette matière active a été quantifiée à quelques reprises dans les échantillons d'eau collectés aux exutoires des lysimètres. Les flux massiques observés dans chacun de ces échantillons représentent environ un millième des quantités apportées. Les concentrations moyennes résultantes sont de l'ordre de quelques  $\text{ng.L}^{-1}$ .



**Figure 167. Applications et suivi de la teneur en iodosulfuron methyl sodium dans la parcelle Bovenistier.**

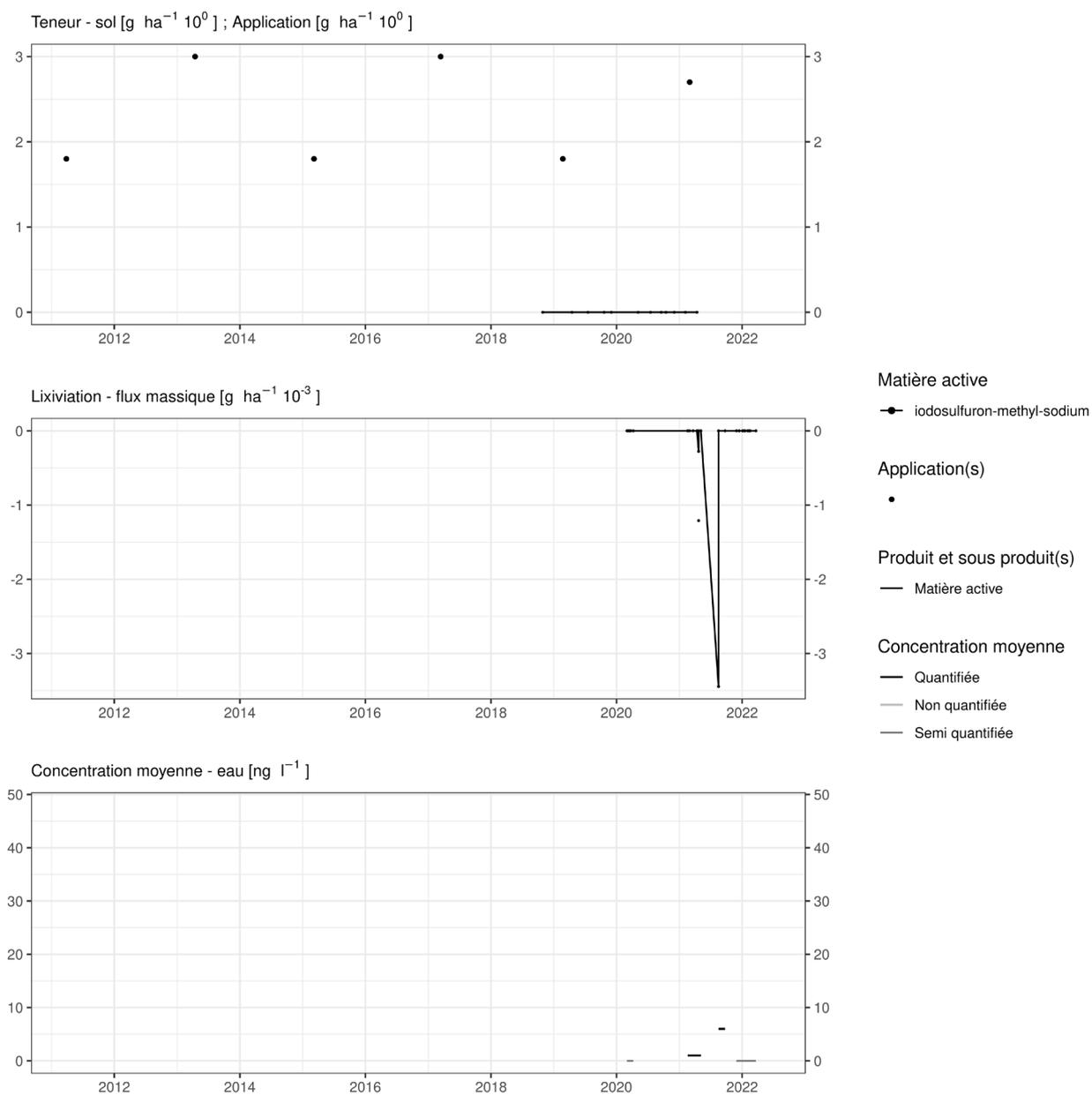


Figure 168. Applications et suivi de la teneur en iodosulfuron methyl sodium dans la parcelle Haute Bova.

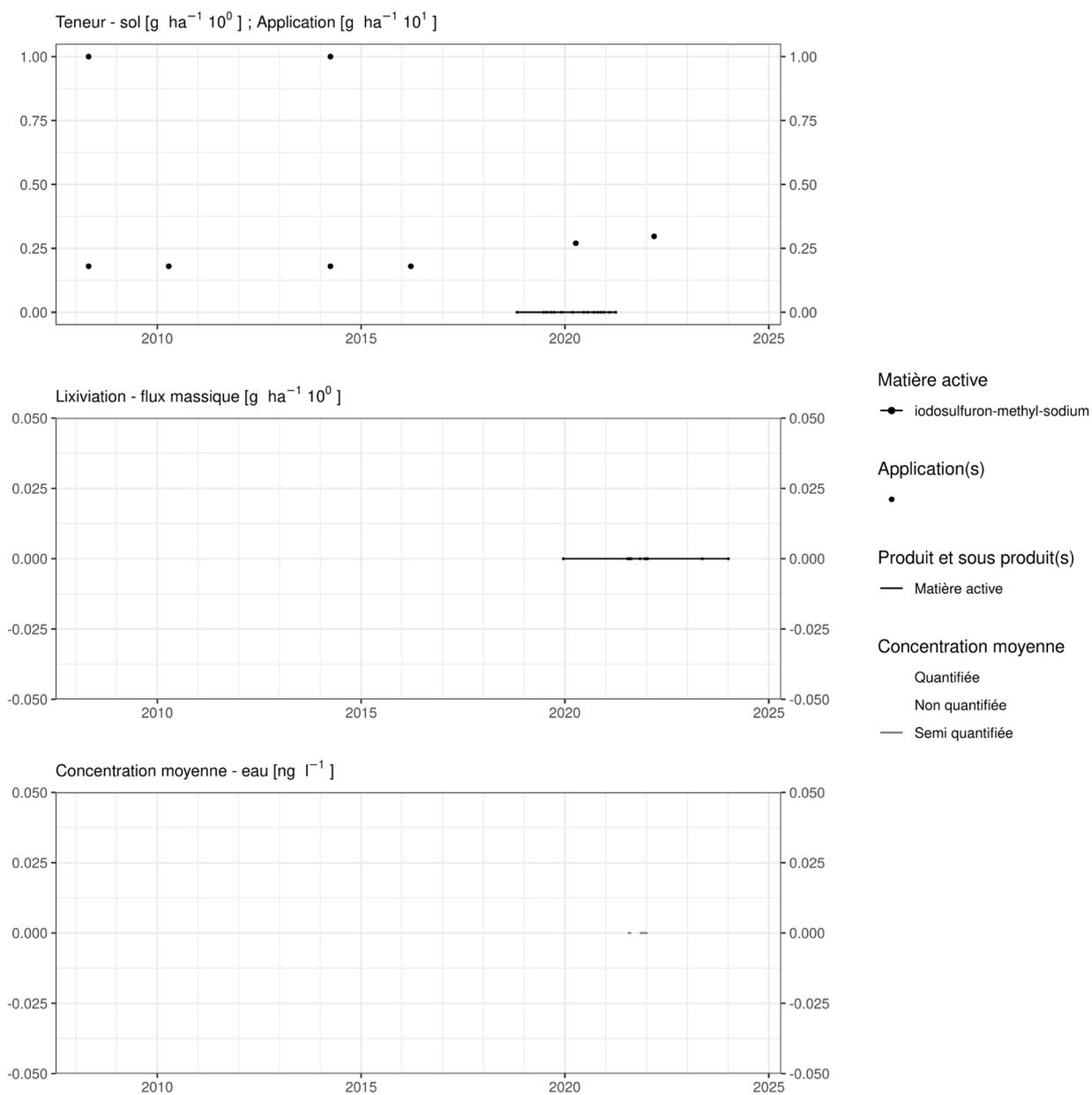
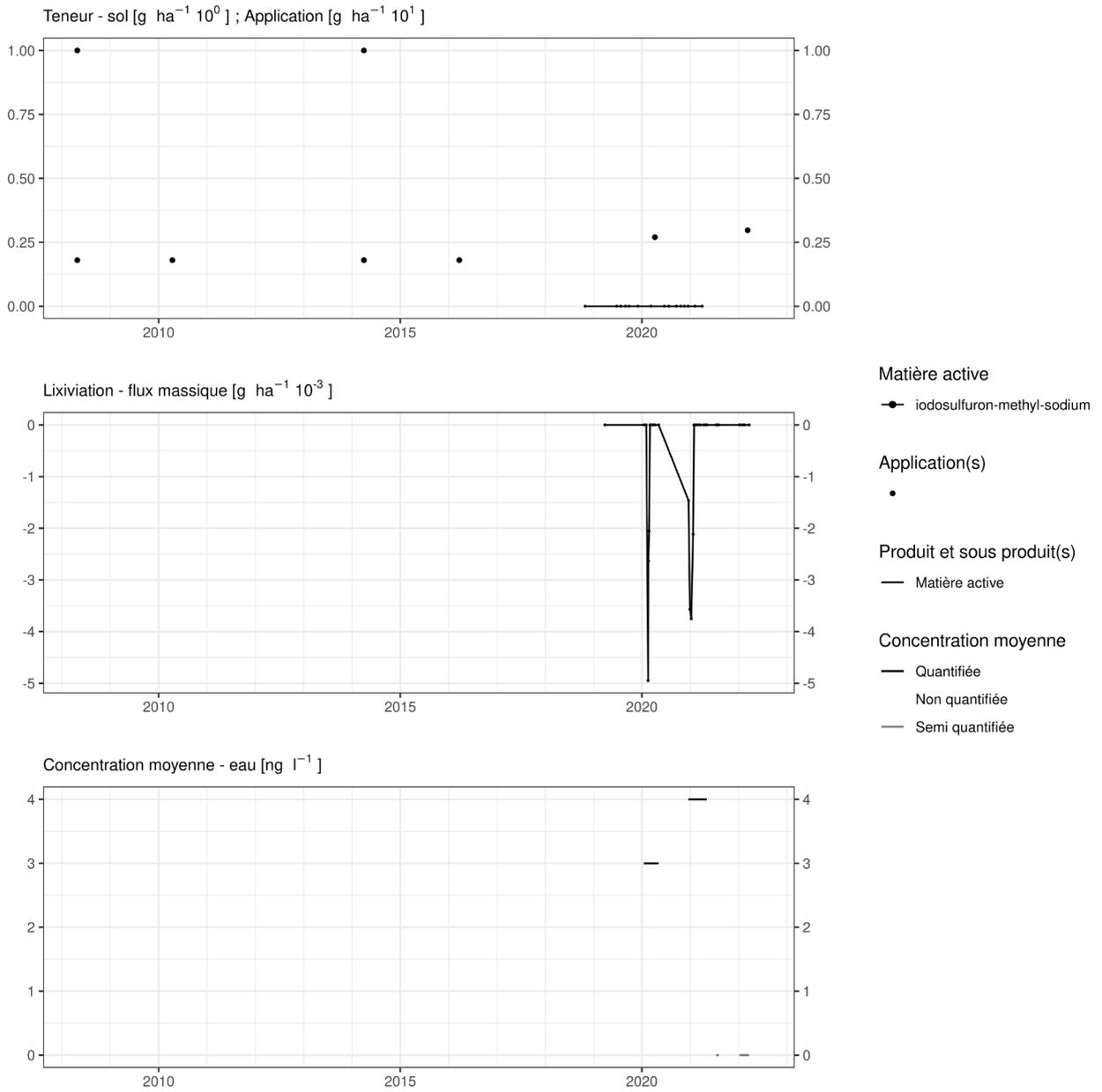
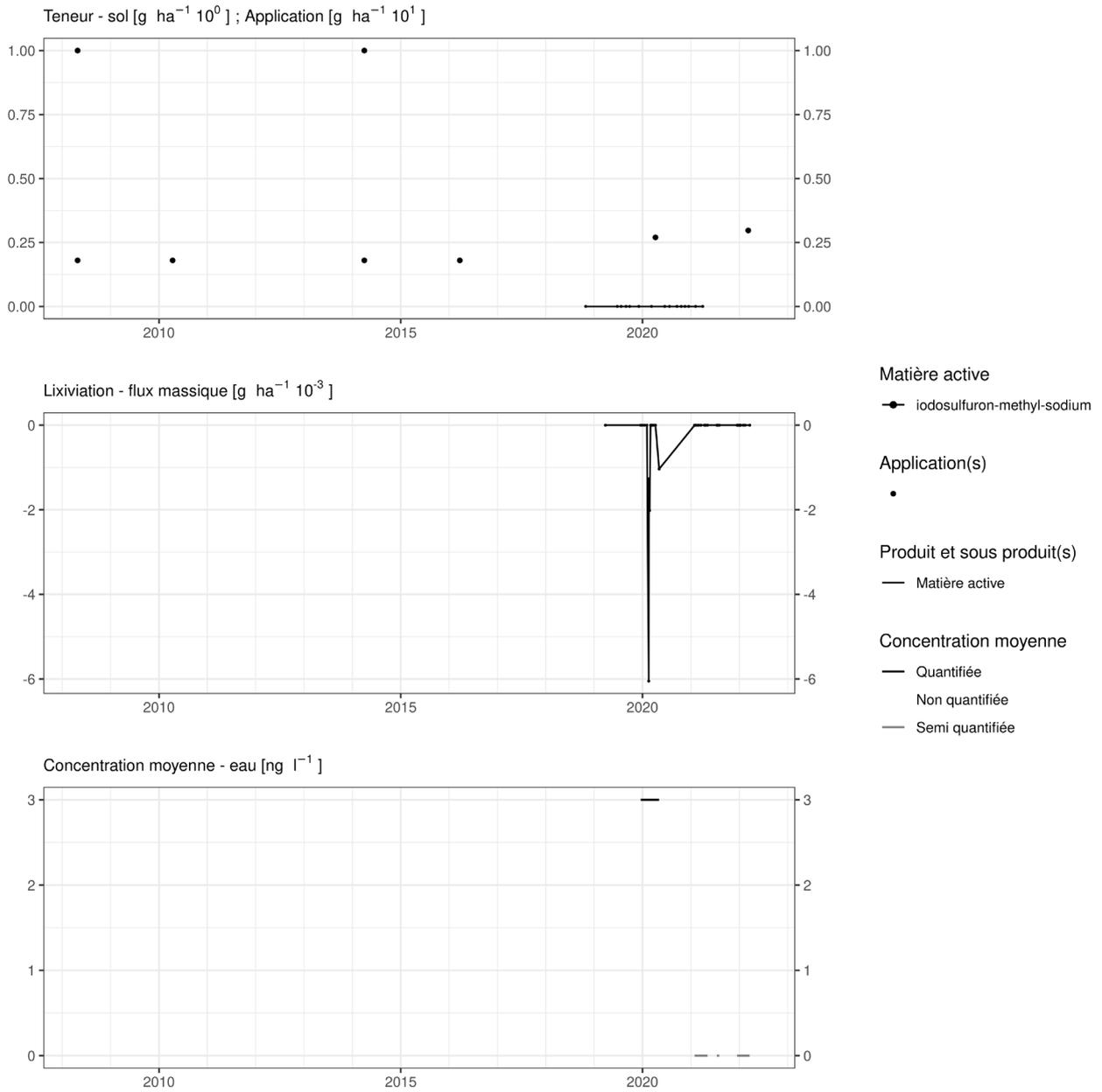


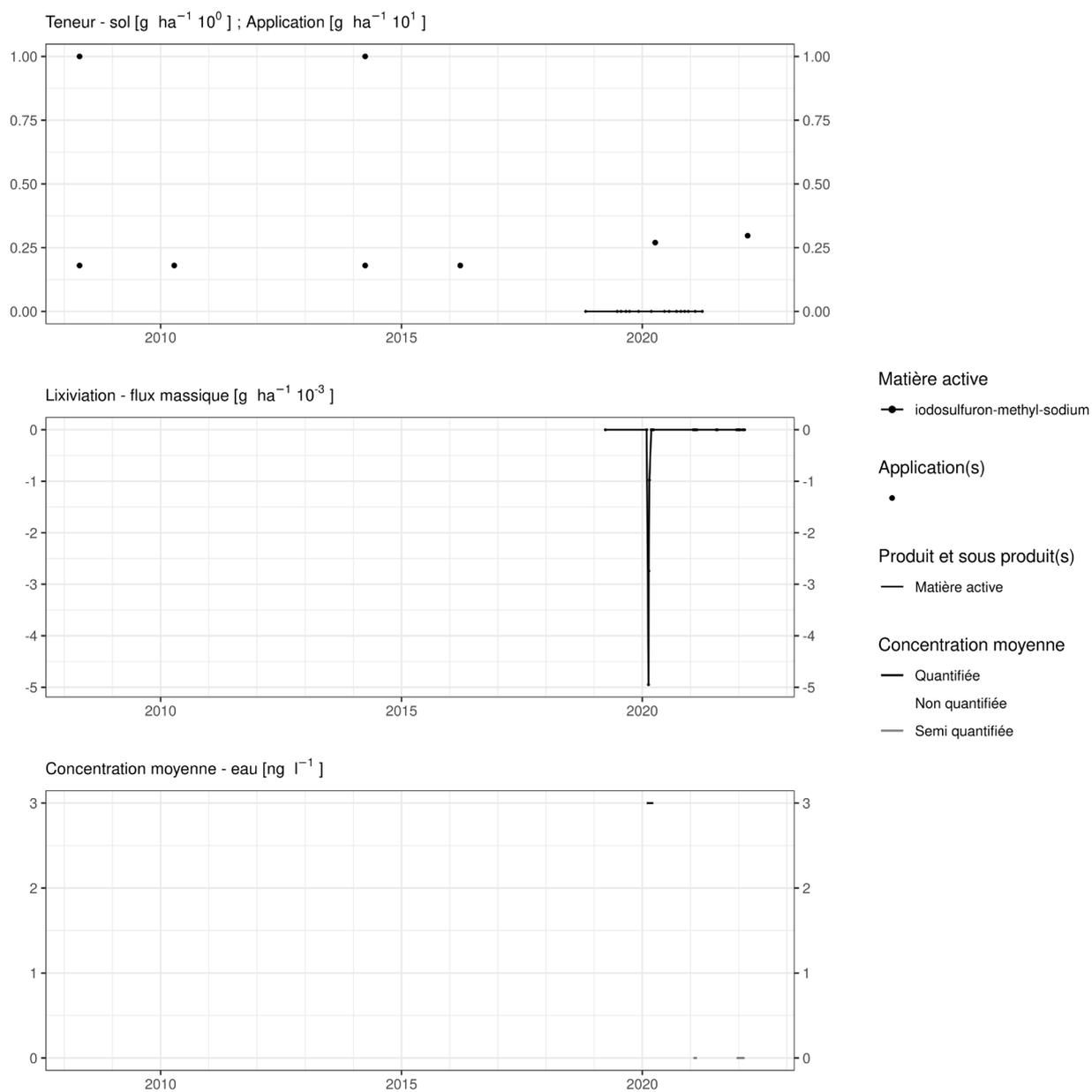
Figure 169. Applications et suivi de la teneur en iodosulfuron methyl sodium dans la parcelle SR4.



**Figure 170. Applications et suivi de la teneur en iodosulfuron methyl sodium dans la parcelle SR8.**



**Figure 171. Applications et suivi de la teneur en iodosulfuron methyl sodium dans la parcelle SR12.**



**Figure 172. Applications et suivi de la teneur en iodosulfuron methyl sodium dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.31 Lenacil

Le lenacil est un herbicide essentiellement utilisé en culture de betterave et d'épinard.

Cette matière active a été suivie dans l'eau en 2012 et 2013. Les concentrations observées n'ont pas excédé 10 ng.L<sup>-1</sup>.

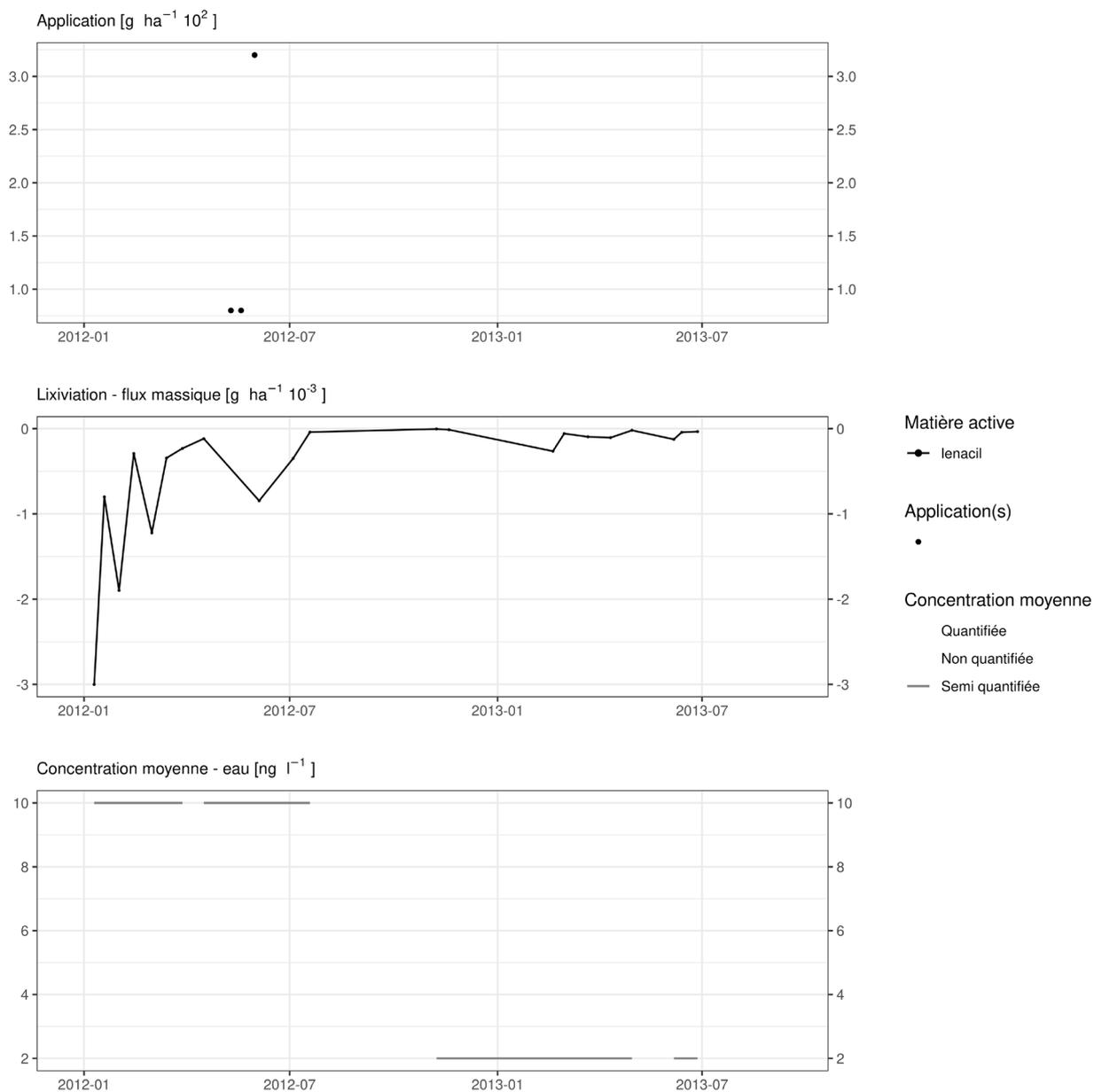
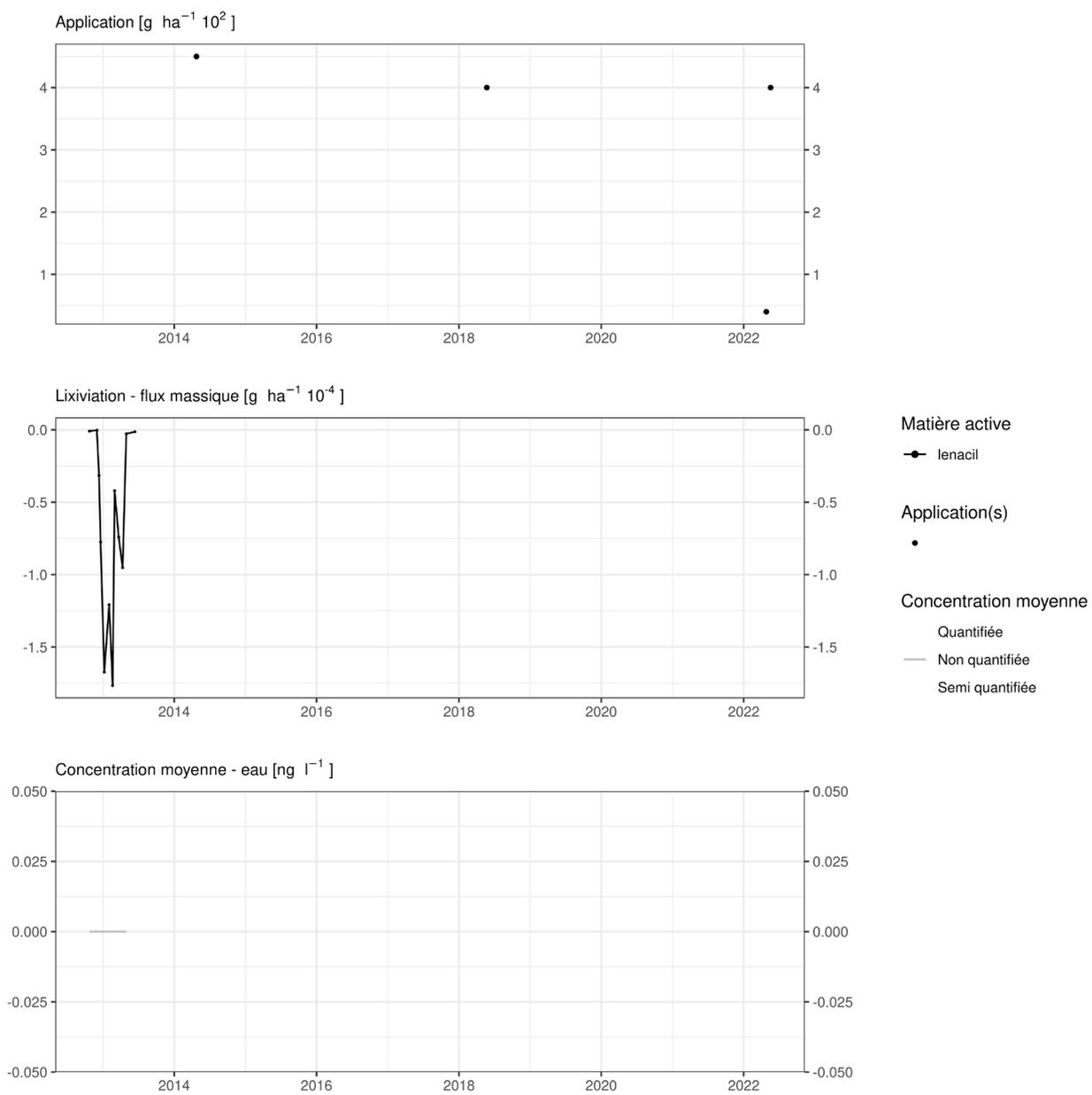


Figure 173. Applications et suivi de la teneur en lenacil dans la parcelle Bovenistier.



**Figure 174. Applications et suivi de la teneur en lenacil dans la parcelle Haute Bova.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines.

La figure 175 illustre sa présence dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 547 ouvrages suivis, aucun ne présente une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil (100 ng.L<sup>-1</sup>).

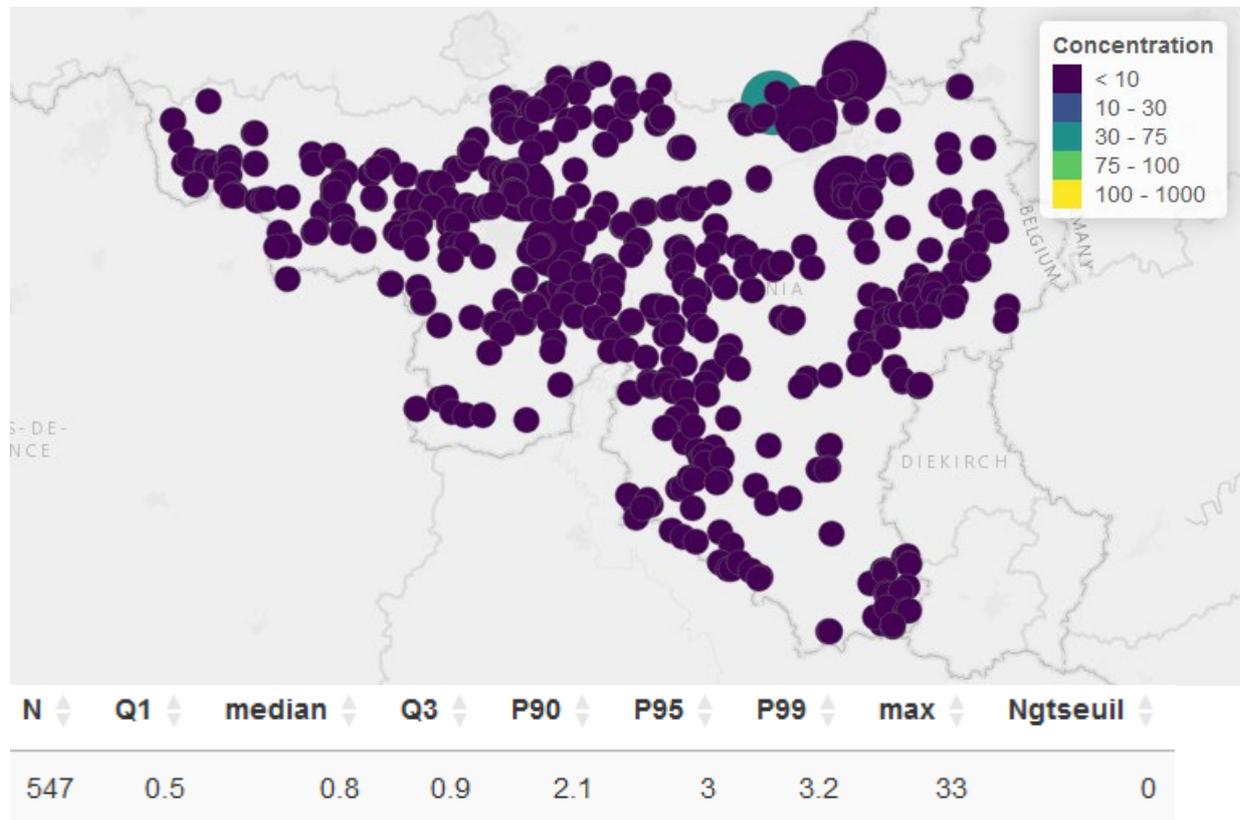
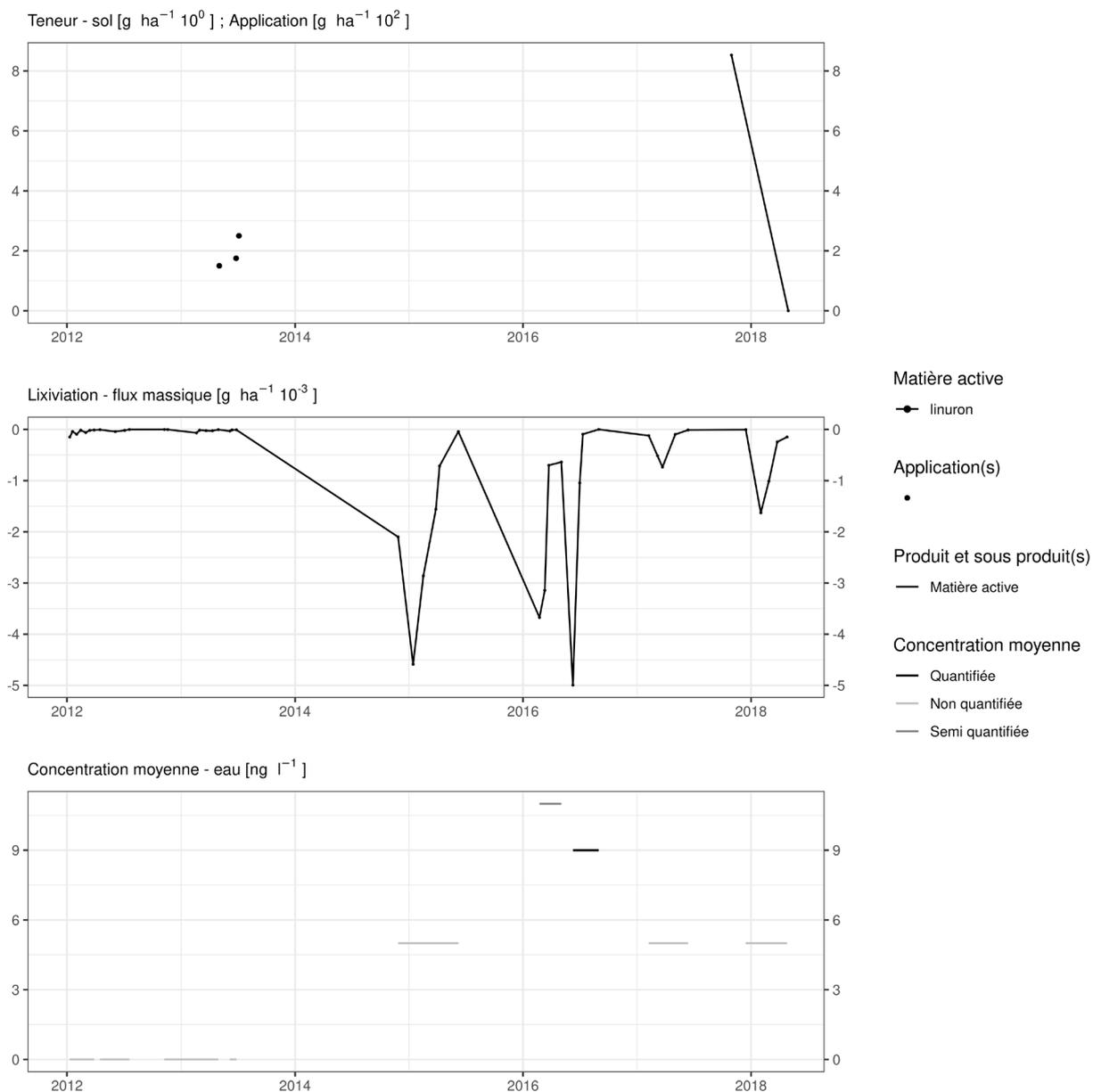


Figure 175. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en lenacile observées dans les eaux souterraines.

## 14.32 Linuron

Le linuron est un herbicide qui a été agréé jusqu'en 2017.

Cette matière active a été observée dans l'eau collectée aux exutoires de trois lysimètres (figure 176 à figure 178) entre 2012 et 2018 à des concentrations moyennes de l'ordre de quelques  $\text{ng.L}^{-1}$ .



**Figure 176. Applications et suivi de la teneur en linuron dans la parcelle Bovenistier.**

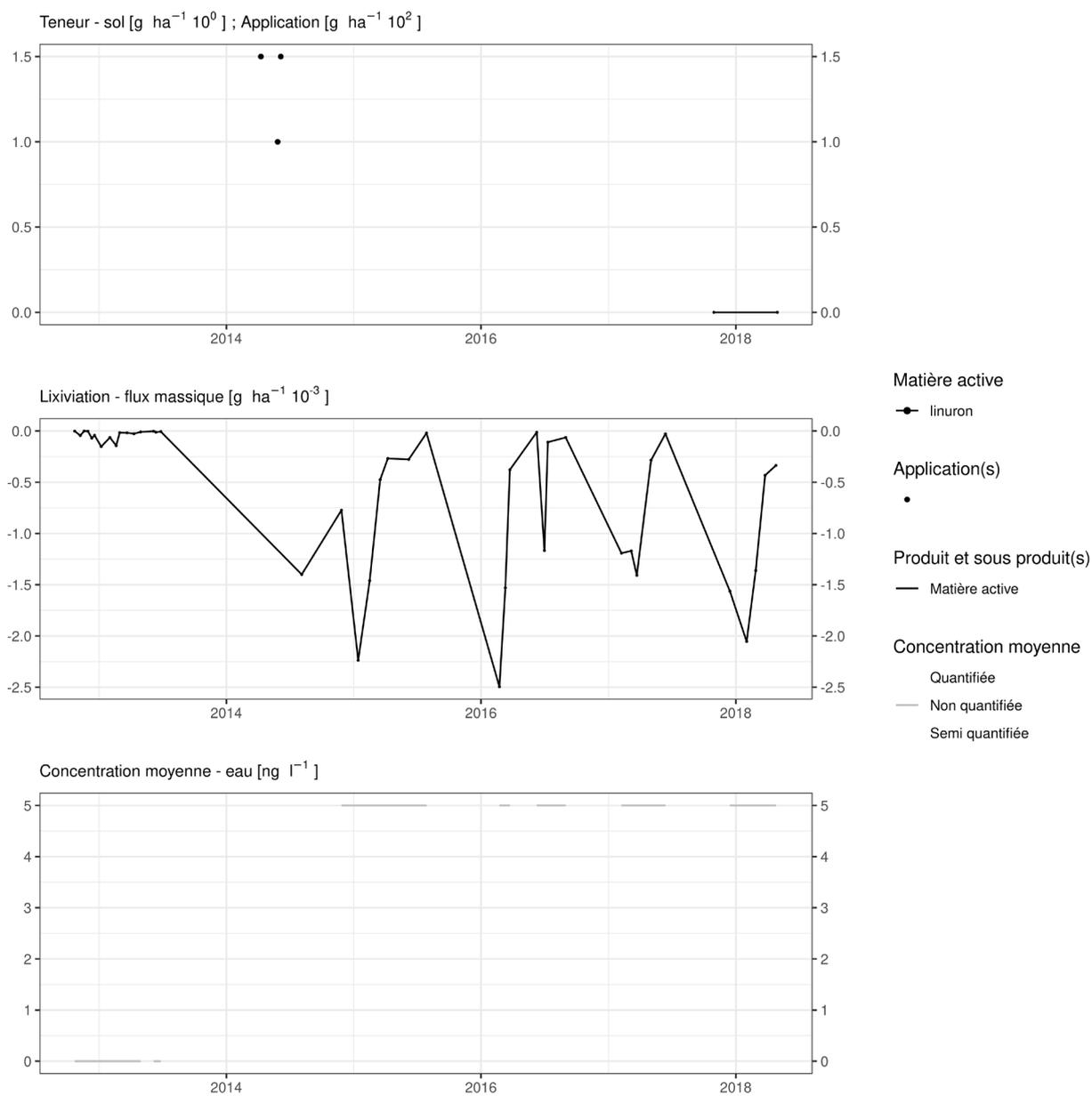


Figure 177. Applications et suivi de la teneur en linuron dans la parcelle Chemin de fer.

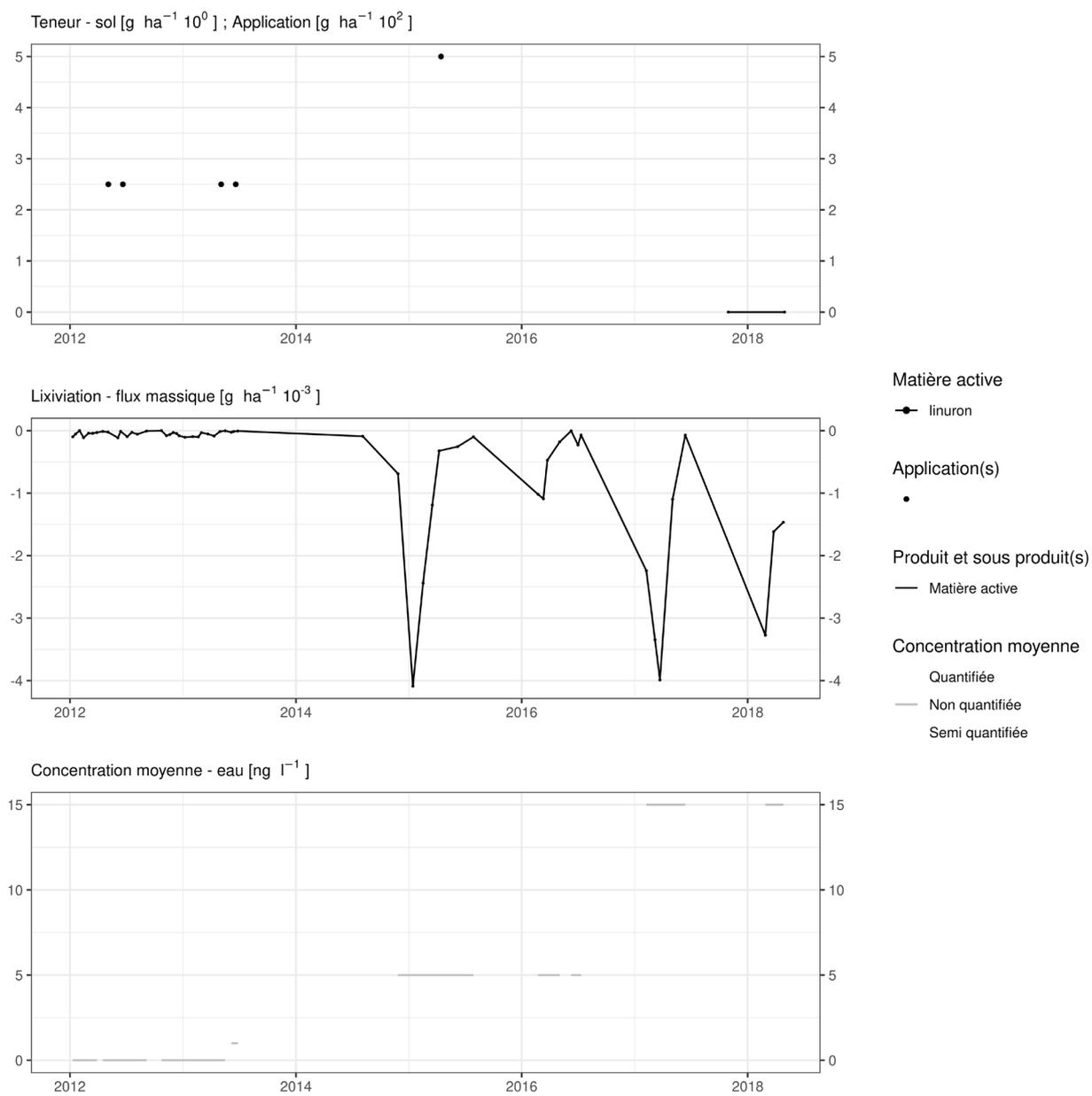


Figure 178. Applications et suivi de la teneur en linuron dans la parcelle Sole 4.

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines.

La figure 179 illustre sa présence dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 833 ouvrages suivis, aucun ne présente une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil (100 ng.L<sup>-1</sup>).

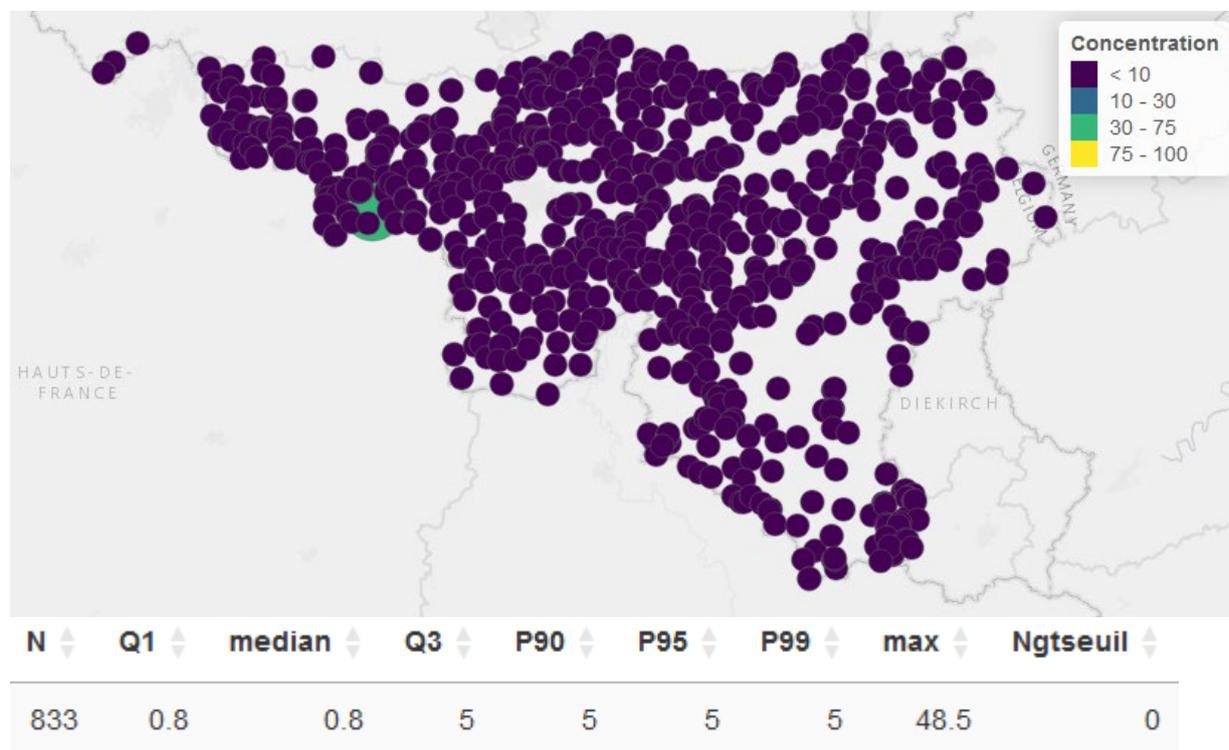


Figure 179. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en linuron observées dans les eaux souterraines.

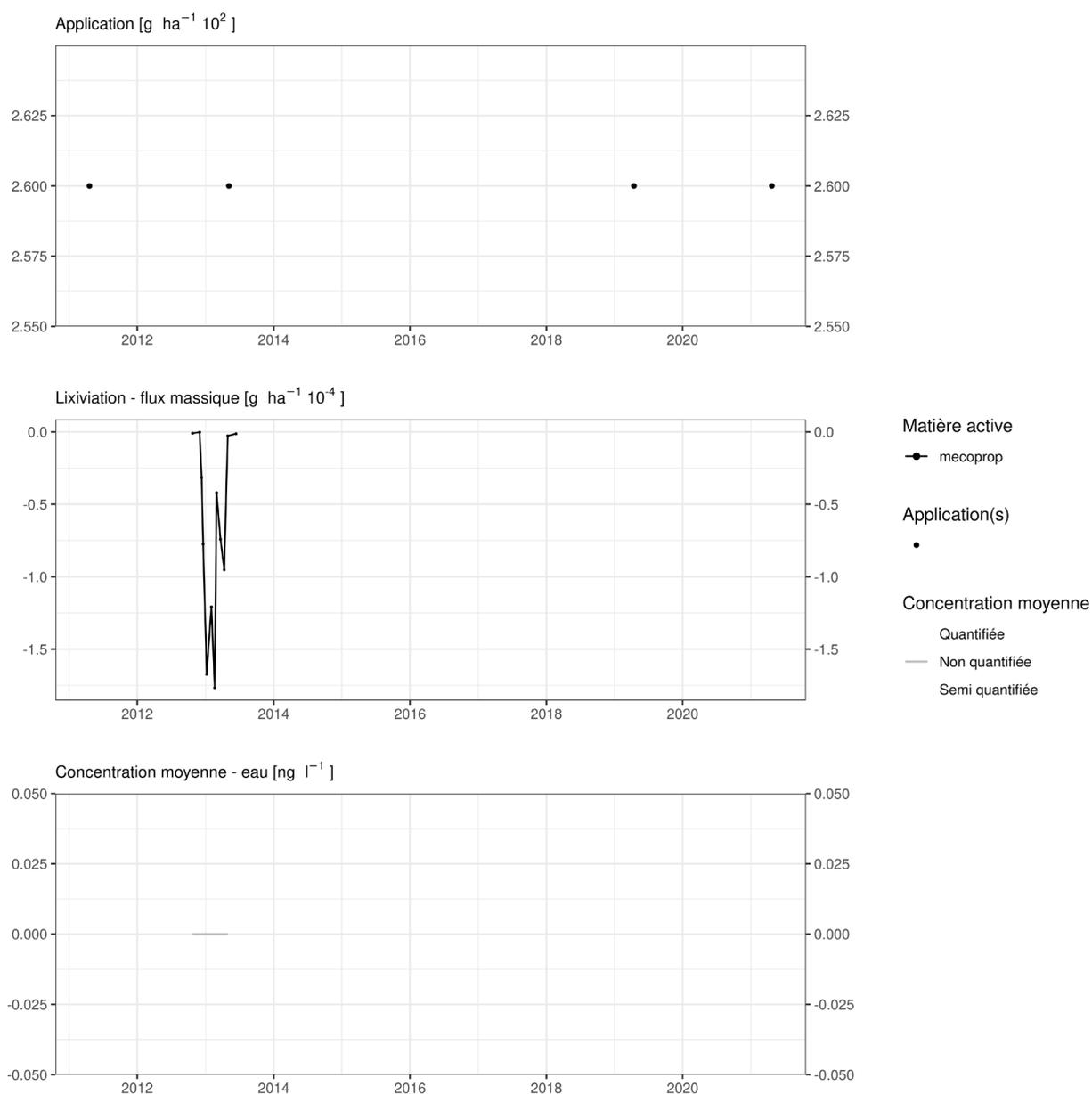
## 14.33 Mecoprop

Le mecoprop est un herbicide utilisé en culture de céréales sur les parcelles équipées d'un lysimètre.

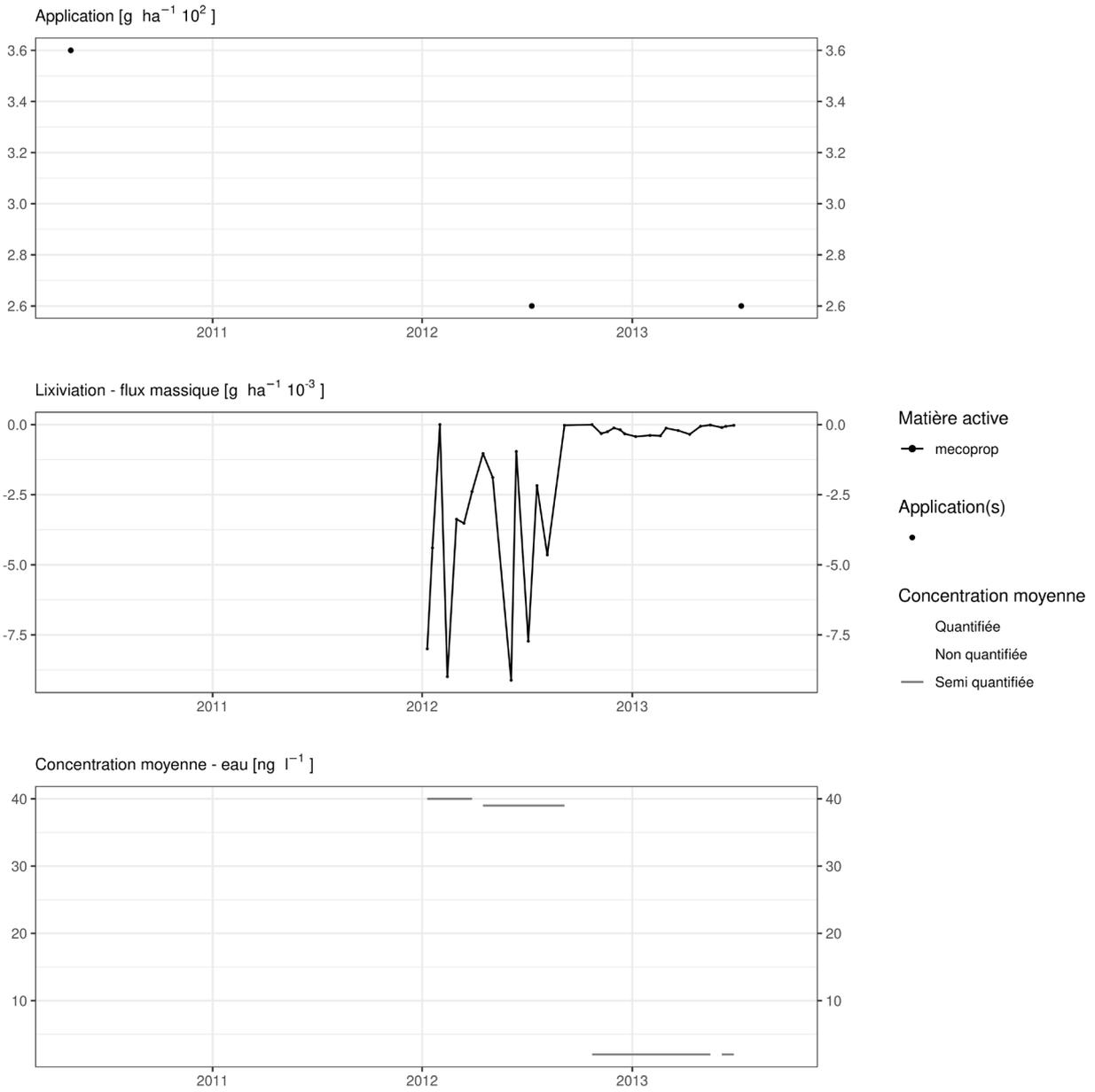
Il a été suivi dans les échantillons d'eau prélevés aux exutoires de deux lysimètres en 2012 et 2013.

Sur la parcelle Bovenistier (figure 180), bien que la matière active ait été (faiblement) quantifiée dans quelques échantillons, la concentration moyenne à l'échelle de cette période de percolation est restée proche de 0 ng.L<sup>-1</sup>.

Sur la parcelle Sole 4 (figure 181), les flux massiques ont été plus importants de sorte que la concentration moyenne au cours de l'hiver 2011-2012 a atteint 40 ng.L<sup>-1</sup>.



**Figure 180. Applications et suivi de la teneur en mecoprop dans la parcelle Bovenistier.**

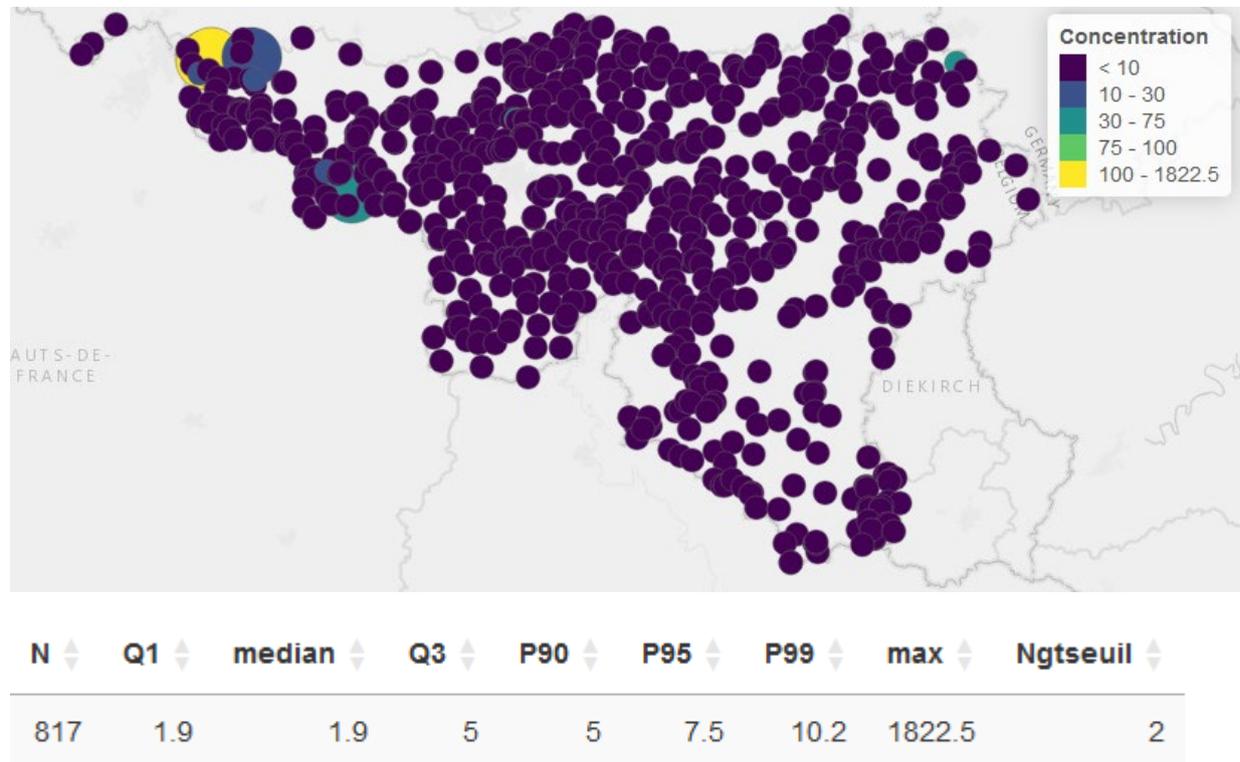


**Figure 181. Applications et suivi de la teneur en mecoprop dans la parcelle Sole 4.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines.

La figure 182 illustre sa présence dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 817 ouvrages suivis, deux présentent une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil (100 ng.L<sup>-1</sup>).



**Figure 182.** Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en mecoprop observées dans les eaux souterraines.

## 14.34 Mefenpyr diethyl

Le mefenpyr diethyl est un herbicide essentiellement utilisé en culture de céréales.

### SOL

Cette matière active a été suivie dans le sol et dans l'eau de 2018 à 2022 avec une LOQ de  $0.8 \mu\text{g.kg}^{-1}$ .

Tant sur la parcelle Haute Bova (figure 183) que sur la plateforme Sols-Résidus (figure 184 à figure 187), elle n'a jamais été détectée dans les échantillons de sol analysés au cours de cette période.

### EAU

Cette molécule a été suivie dans l'eau entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de  $0.025 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Elle n'a jamais été détectée dans aucun échantillon d'eau.

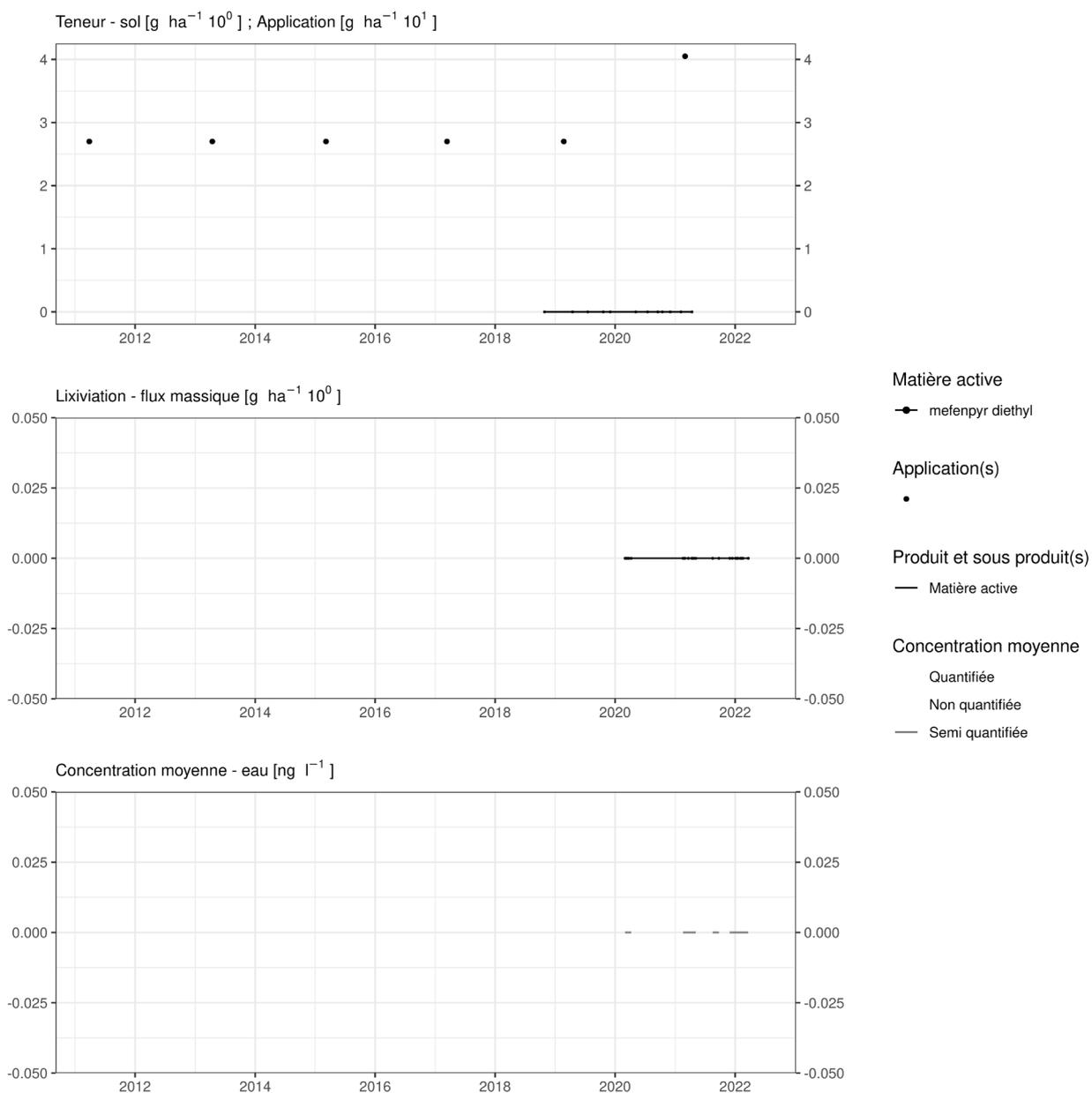


Figure 183. Applications et suivi de la teneur en mefenpyr diethyl dans la parcelle Haute Bova.

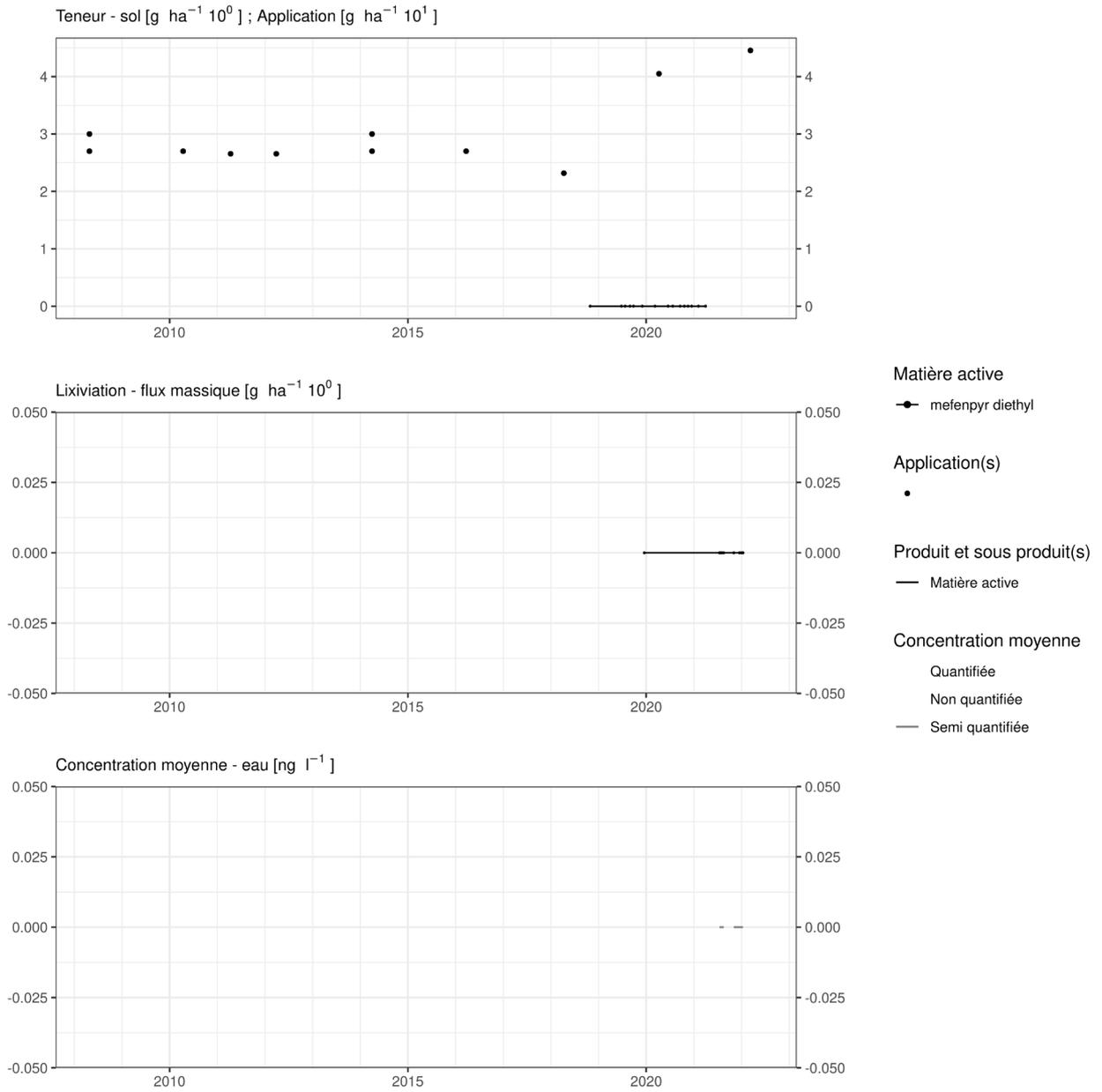


Figure 184. Applications et suivi de la teneur en mefenpyr diethyl dans la parcelle SR4.

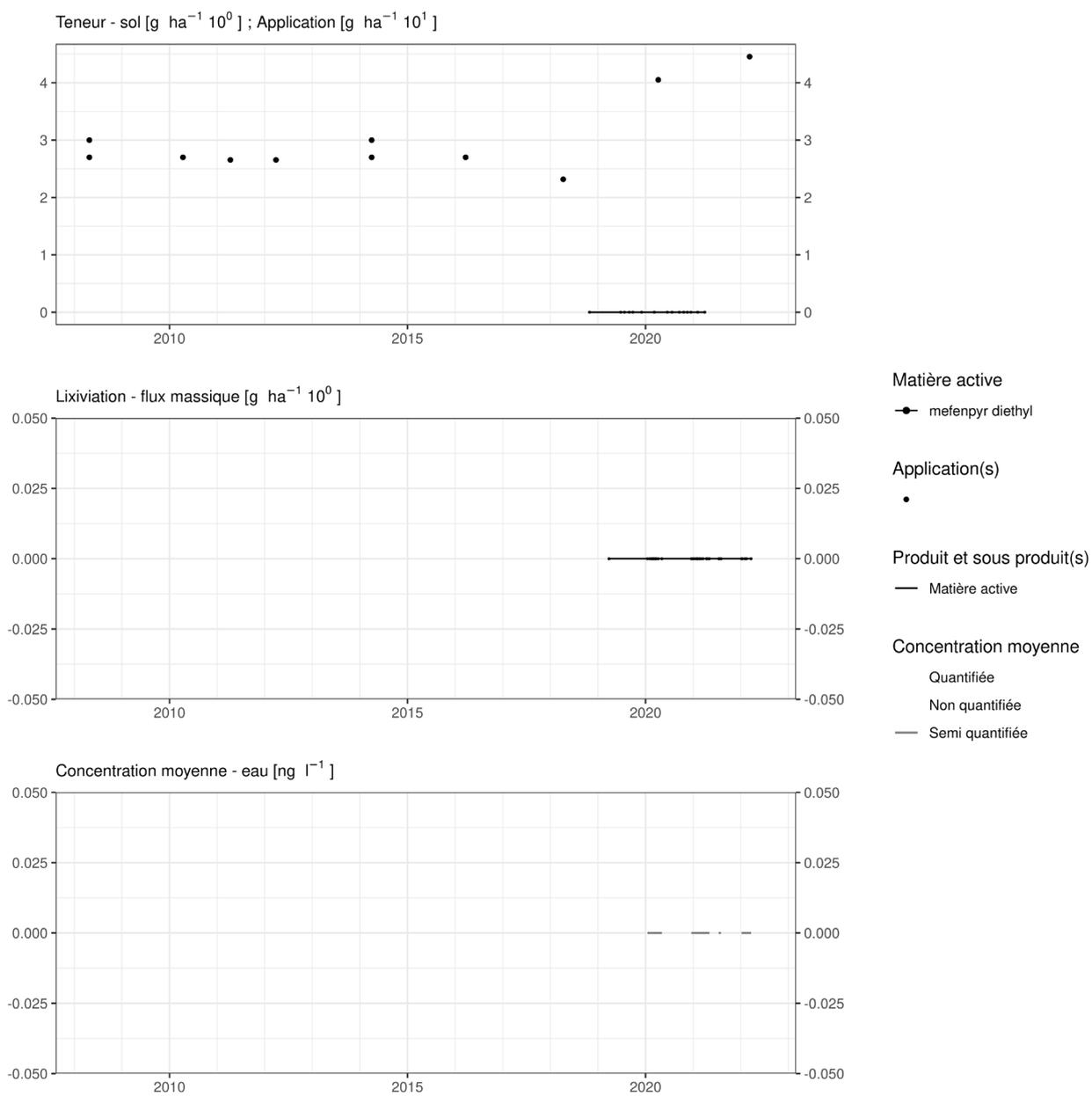
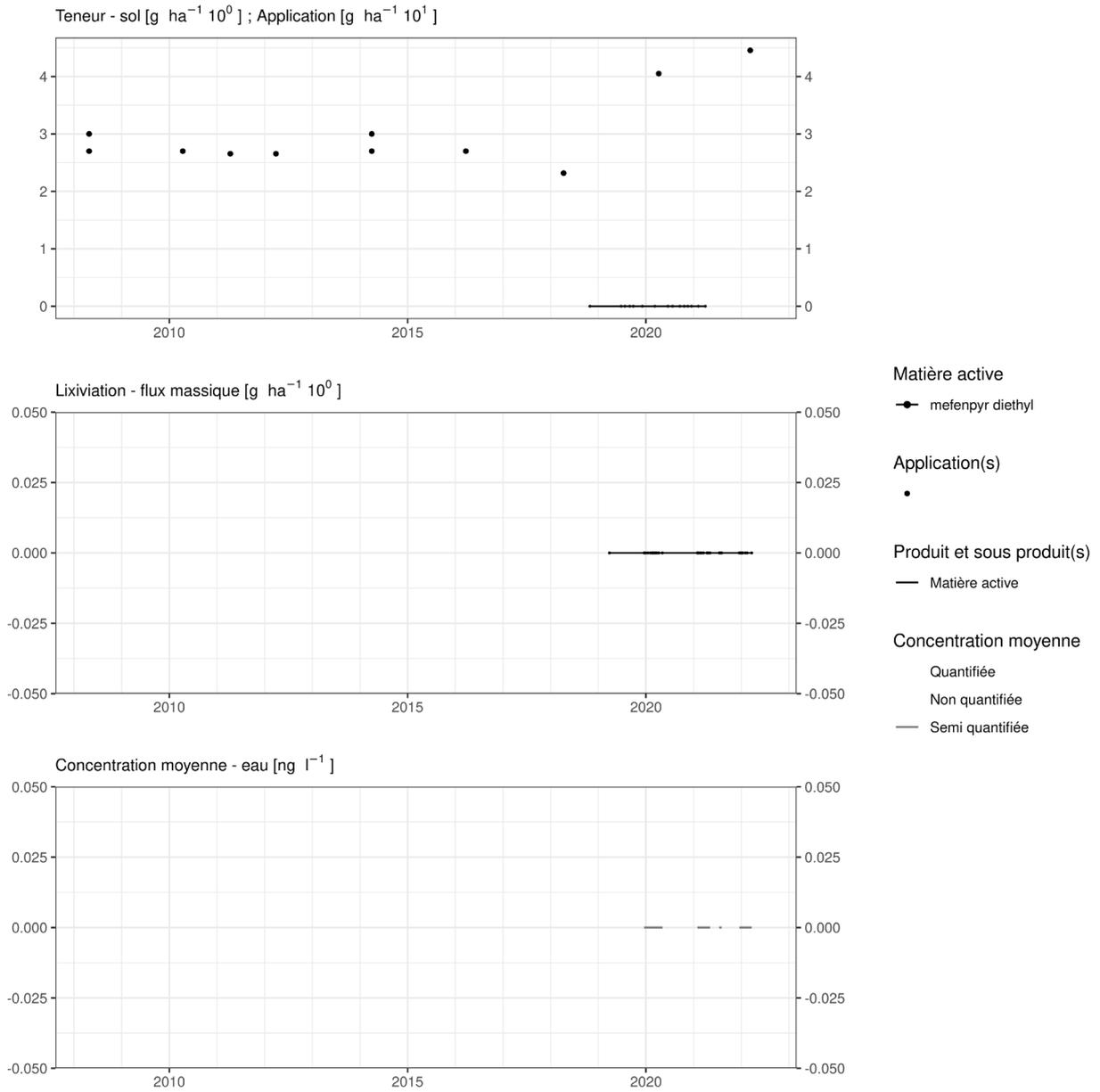


Figure 185. Applications et suivi de la teneur en mefenpyr diethyl dans la parcelle SR8.



**Figure 186. Applications et suivi de la teneur en mefenpyr diethyl dans la parcelle SR12.**

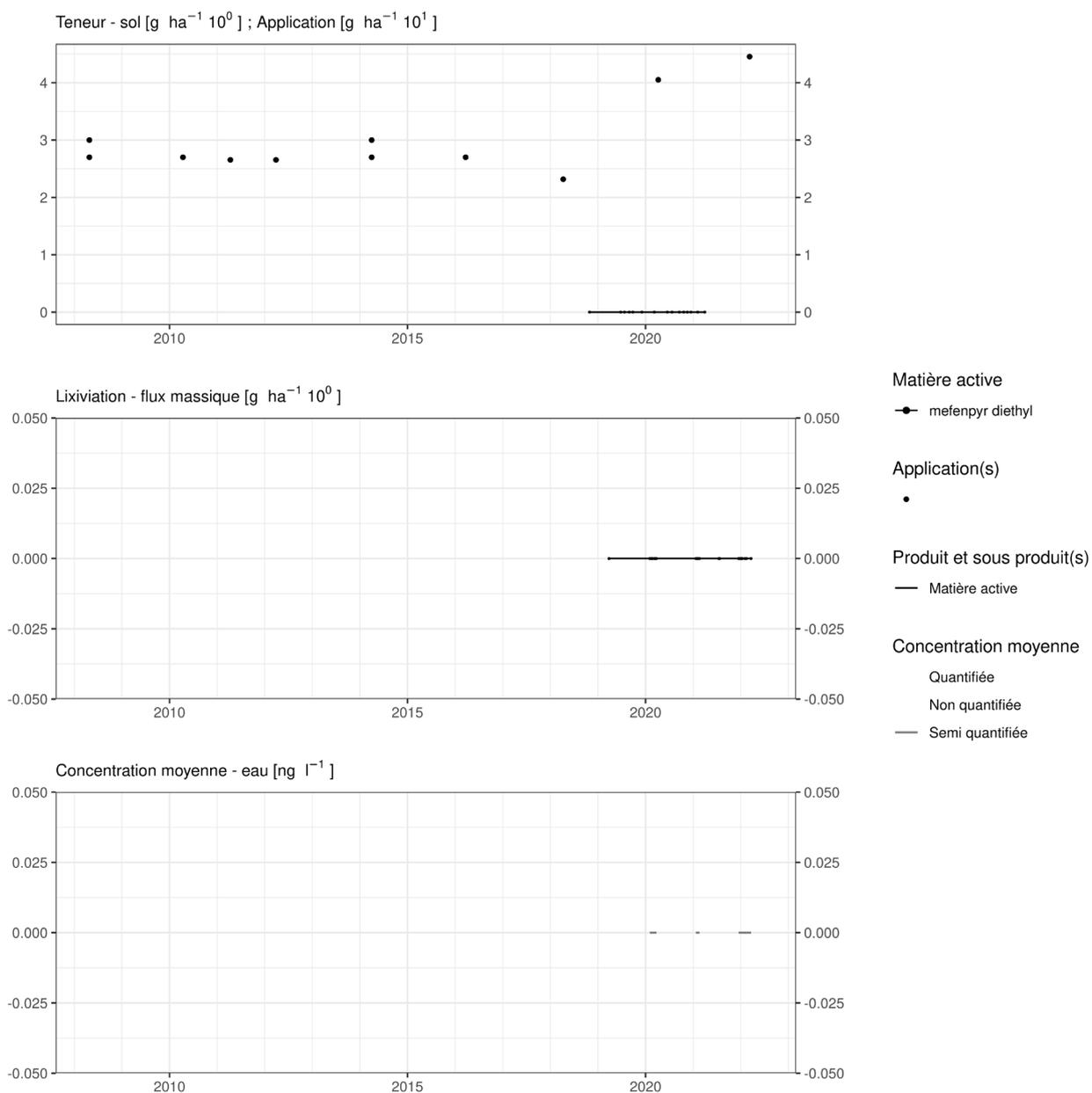


Figure 187. Applications et suivi de la teneur en mefenpyr diethyl dans la parcelle SR16.

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.35 Mefentrifluconazole

Le mefentrifluconazole est un fongicide appliqué sur froment sur les parcelles Bovenistier, Sole 4 et Sol-Résidus. Les observations suivantes ont pu être réalisées.

### **SOL**

Cette matière active est suivie dans le sol depuis mai 2022 avec une LOQ de 1  $\mu\text{g.kg}^{-1}$ . Sa DT50 dans le sol est de 200 jours.

Le lendemain de l'application, cette matière active est présente dans le sol en concentration équivalente à l'application (figure 188 à figure 193).

Dans les semaines et mois qui suivent le traitement, la concentration dans le sol diminue pour atteindre une teneur équivalente à une dixième de l'apport un an après le traitement.

### **EAU**

Cette molécule est suivie dans l'eau depuis mai 2022 avec une LOQ de 0.25  $\mu\text{g.L}^{-1}$ .

Cette matière active a été détectée dans l'eau quelques fois. Vu sa limite de quantification élevée et le fait que l'utilisation de cette molécule soit relativement récente, il serait intéressant de développer une méthode analytique plus sensible bien qu'elle ait un indice GUS faible de 1.06.

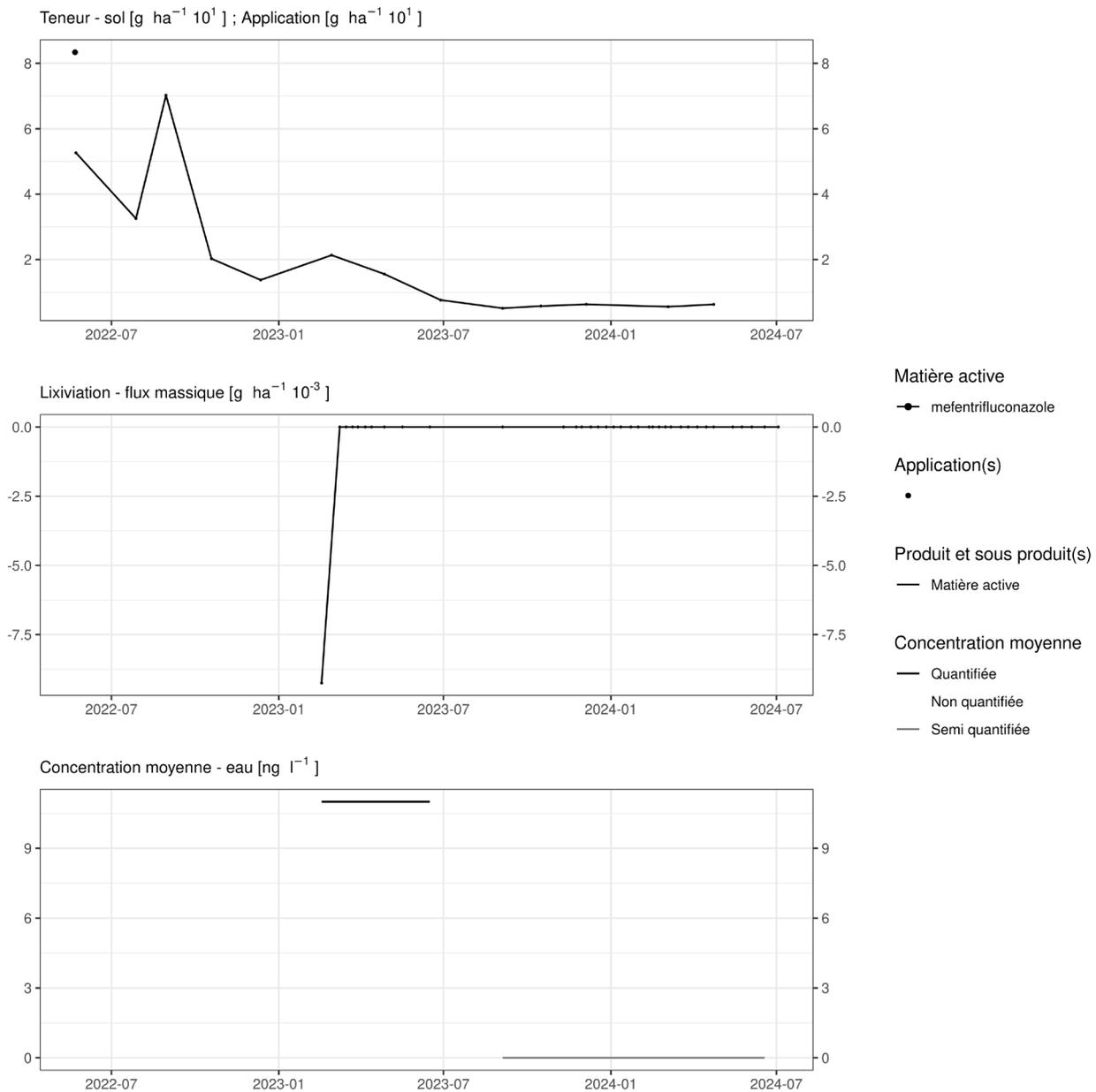


Figure 188. Applications et suivi de la teneur en mefenitruconazole dans la parcelle Bovenistier.

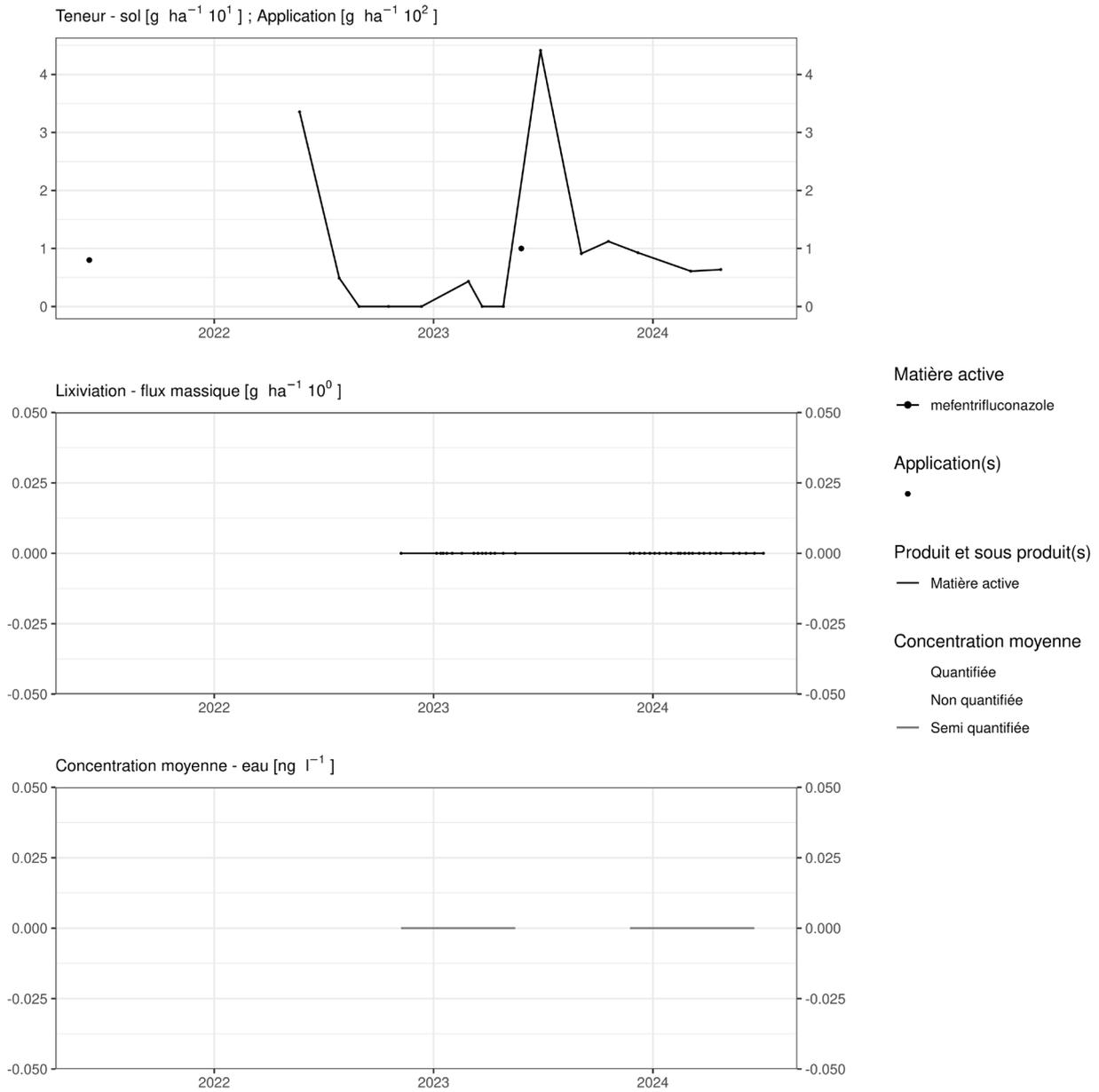
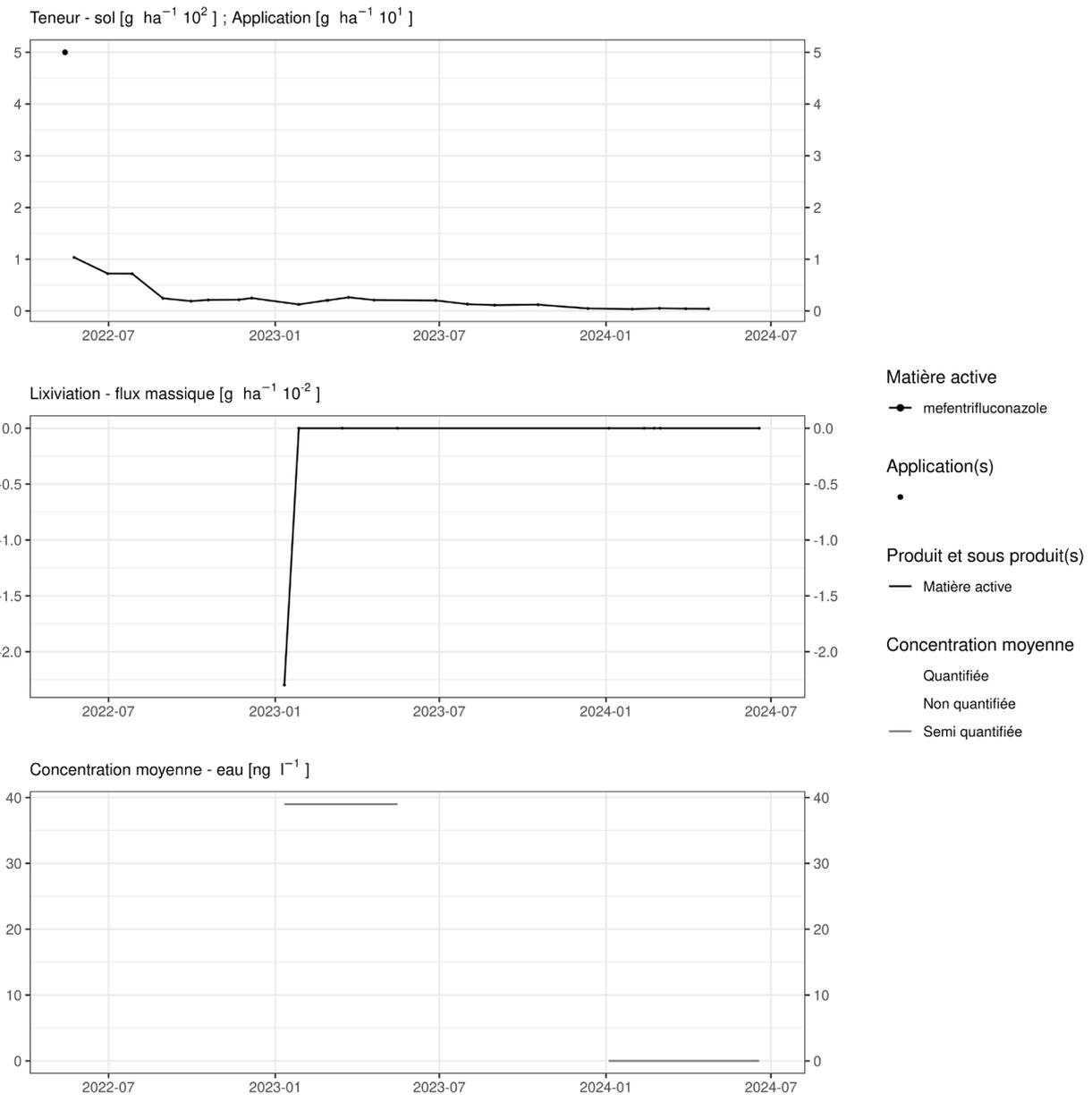
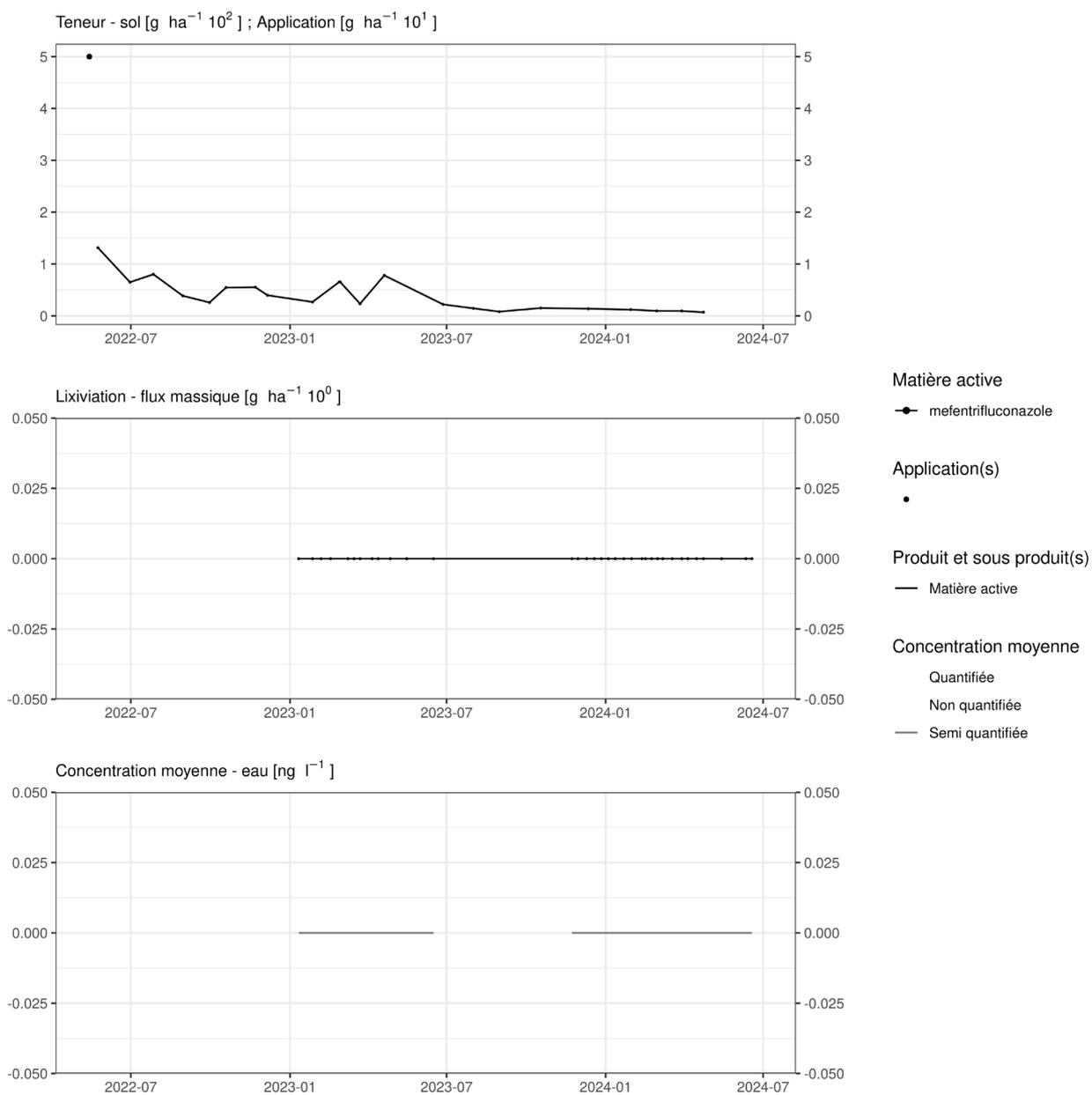


Figure 189. Applications et suivi de la teneur en mefenfluproazole dans la parcelle Sole 4.



**Figure 190. Applications et suivi de la teneur en mefenitruconazole dans la parcelle SR4.**



**Figure 191. Applications et suivi de la teneur en mefenitruconazole dans la parcelle SR8.**

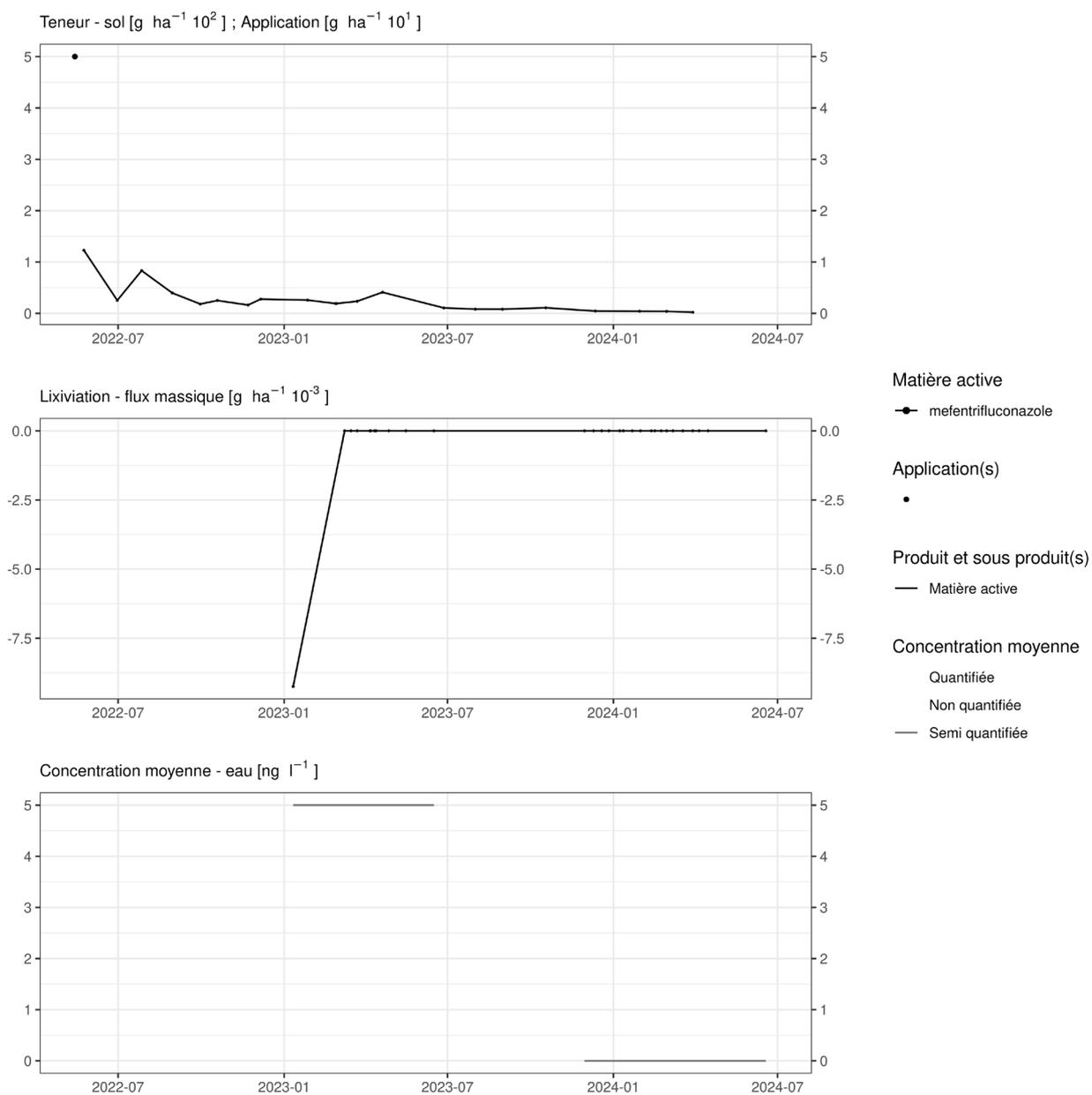
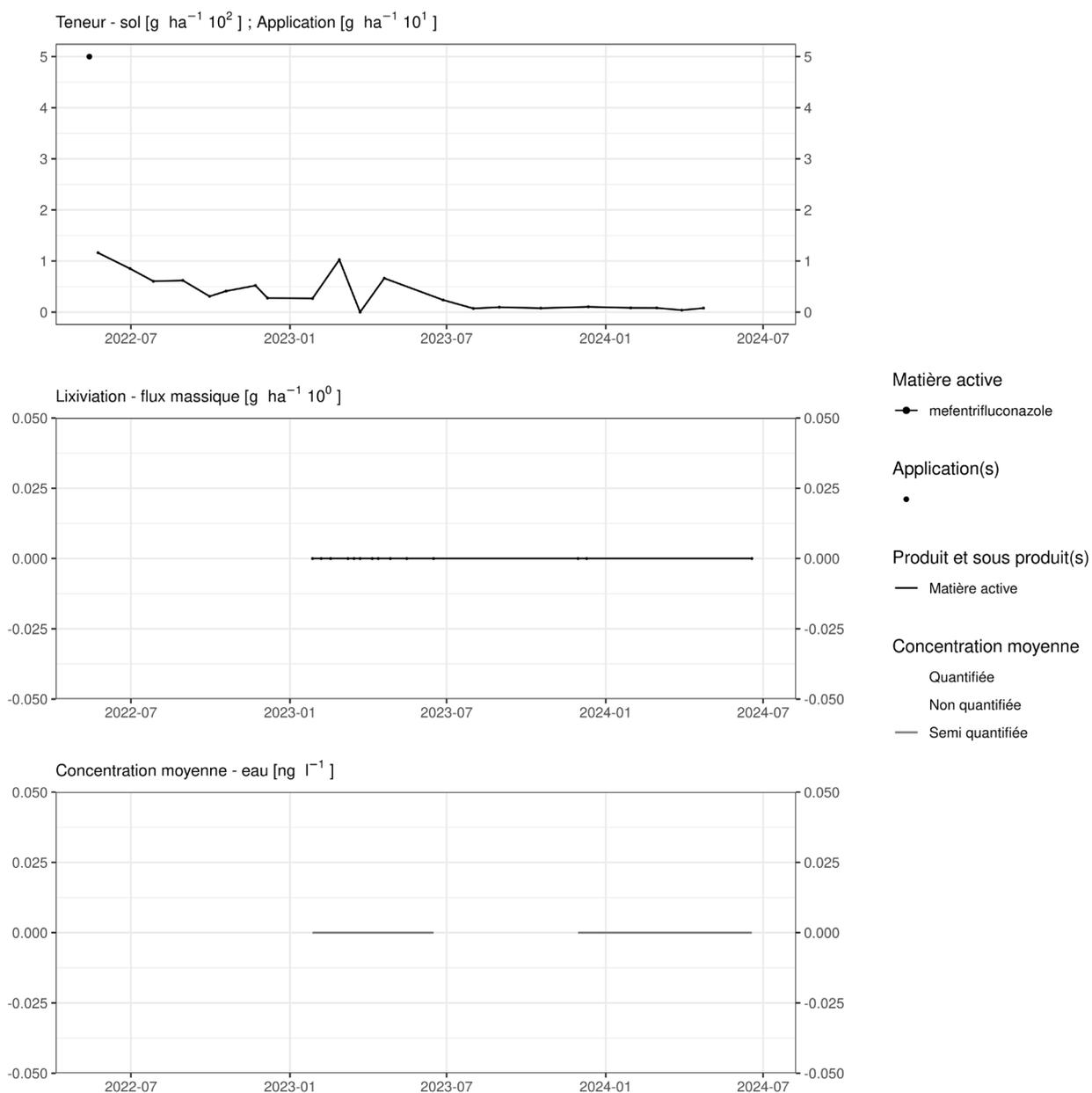


Figure 192. Applications et suivi de la teneur en mefenitruconazole dans la parcelle SR12.



**Figure 193. Applications et suivi de la teneur en mefenitruconazole dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est actuellement pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.36 Mesosulfuron methyl

Le mesosulfuron methyl est un herbicide utilisé sur culture de froment dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette molécule a été suivie dans les sols de 2018 à mai 2022 avec une LOQ de  $0.7 \mu\text{g.kg}^{-1}$ . Son temps de demi-vie n'est pas très long puisqu'il est de 78 jours.

Les observations (figure 194 à figure 199) réalisées dans les sept parcelles équipées de lysimètres offrent divers enseignements.

Quelques jours après un apport de  $15 \text{ g.ha}^{-1}$  en 2022 sur les parcelles Sol-Résidus, la matière active est visible en une concentration équivalant au tiers de l'apport.

Quelques semaines après un apport d'une quinzaine de  $\text{g.ha}^{-1}$  (2020 sur Sol-Résidus et 2021 sur Haute Bova), la matière active n'est plus visible qu'à un dixième de son apport, voire n'est plus visible dans le sol.

Quelques mois après un traitement et à fortiori, quelques années (parcelle Bovenistier), la matière active n'est plus visible dans le sol.

Cette matière active n'a plus été recherchées dans les échantillons analysés après mars 2022.

### **EAU**

Cette matière active a été suivie dans l'eau entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de  $0.02 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice de lixiviation est de 3.85.

Les concentrations moyennes de saison de drainage sont généralement inférieure à la LOQ.

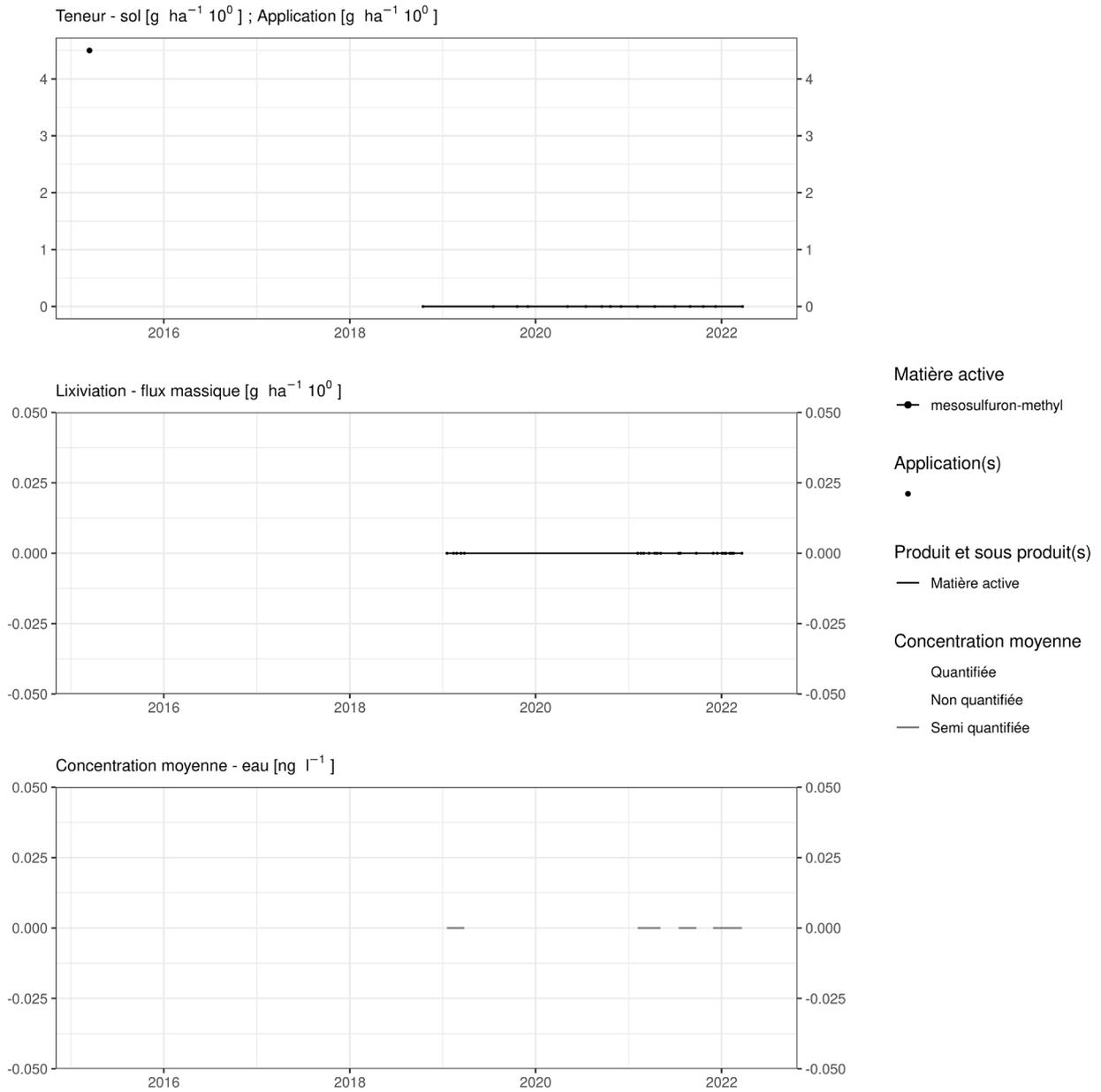


Figure 194. Applications et suivi de la teneur en mesosulfuron methyl dans la parcelle Bovenistier.

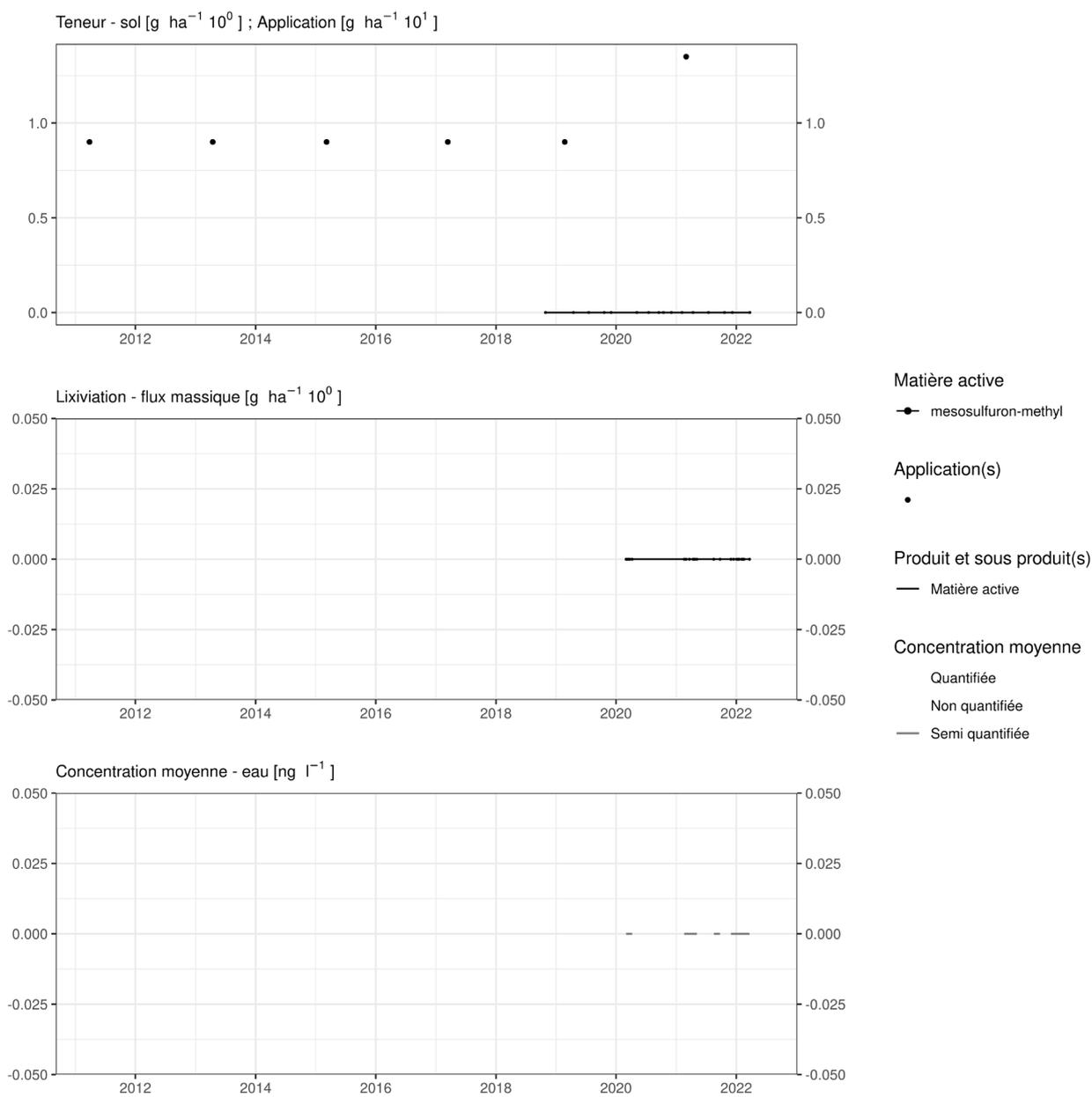
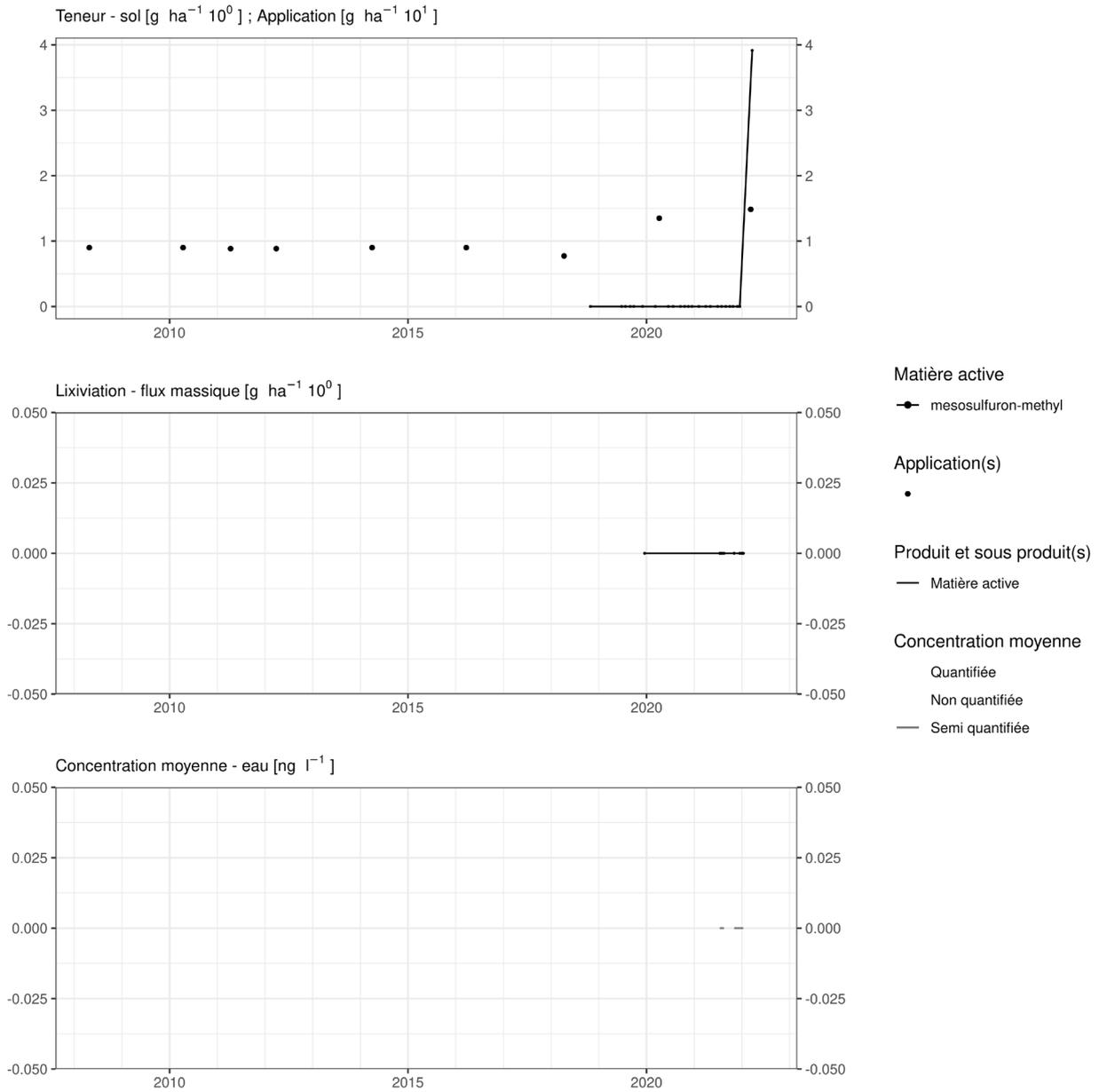


Figure 195. Applications et suivi de la teneur en mesosulfuron methyl dans la parcelle Haute Bova.



**Figure 196. Applications et suivi de la teneur en mesosulfuron methyl dans la parcelle SR4.**

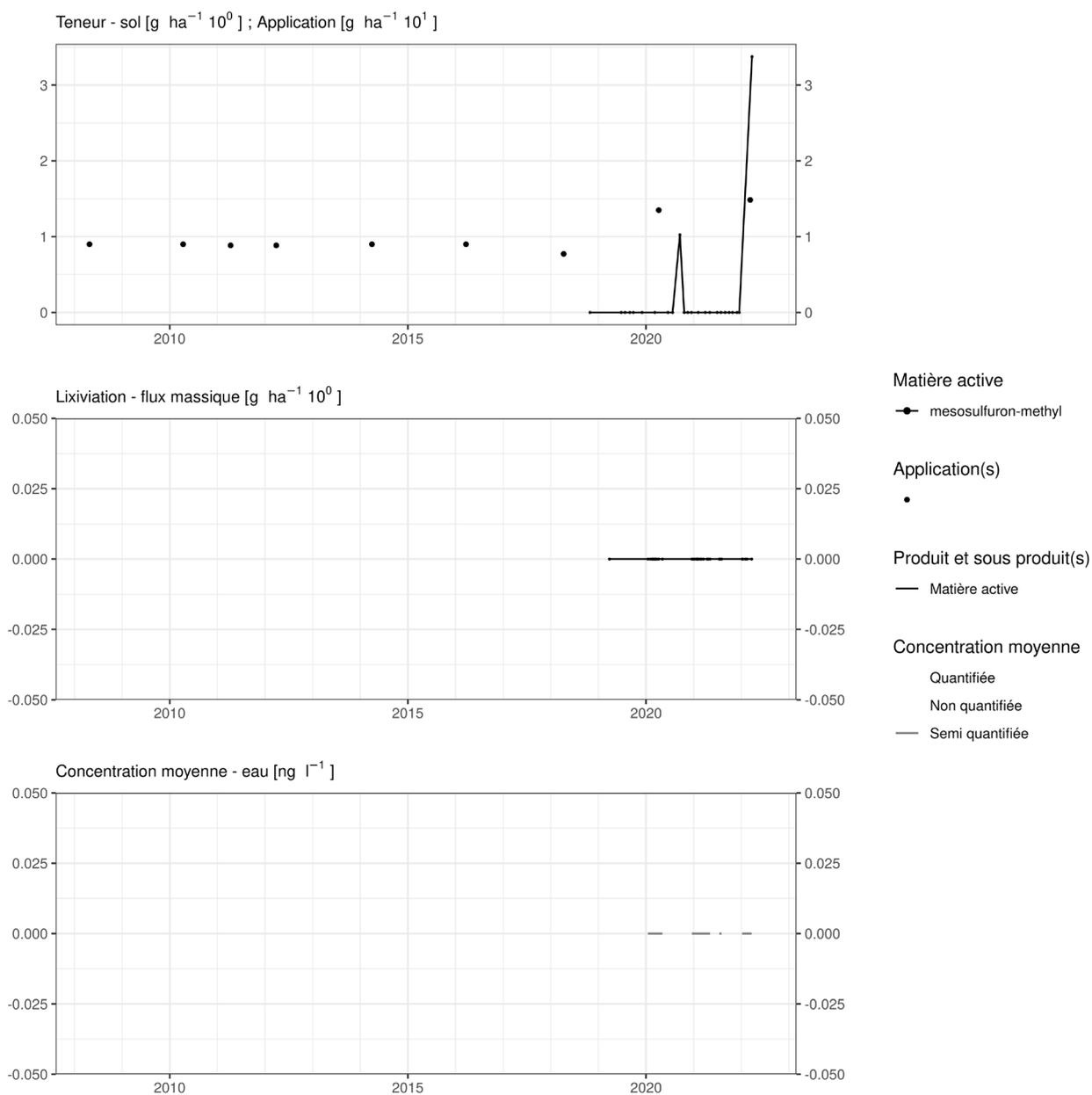
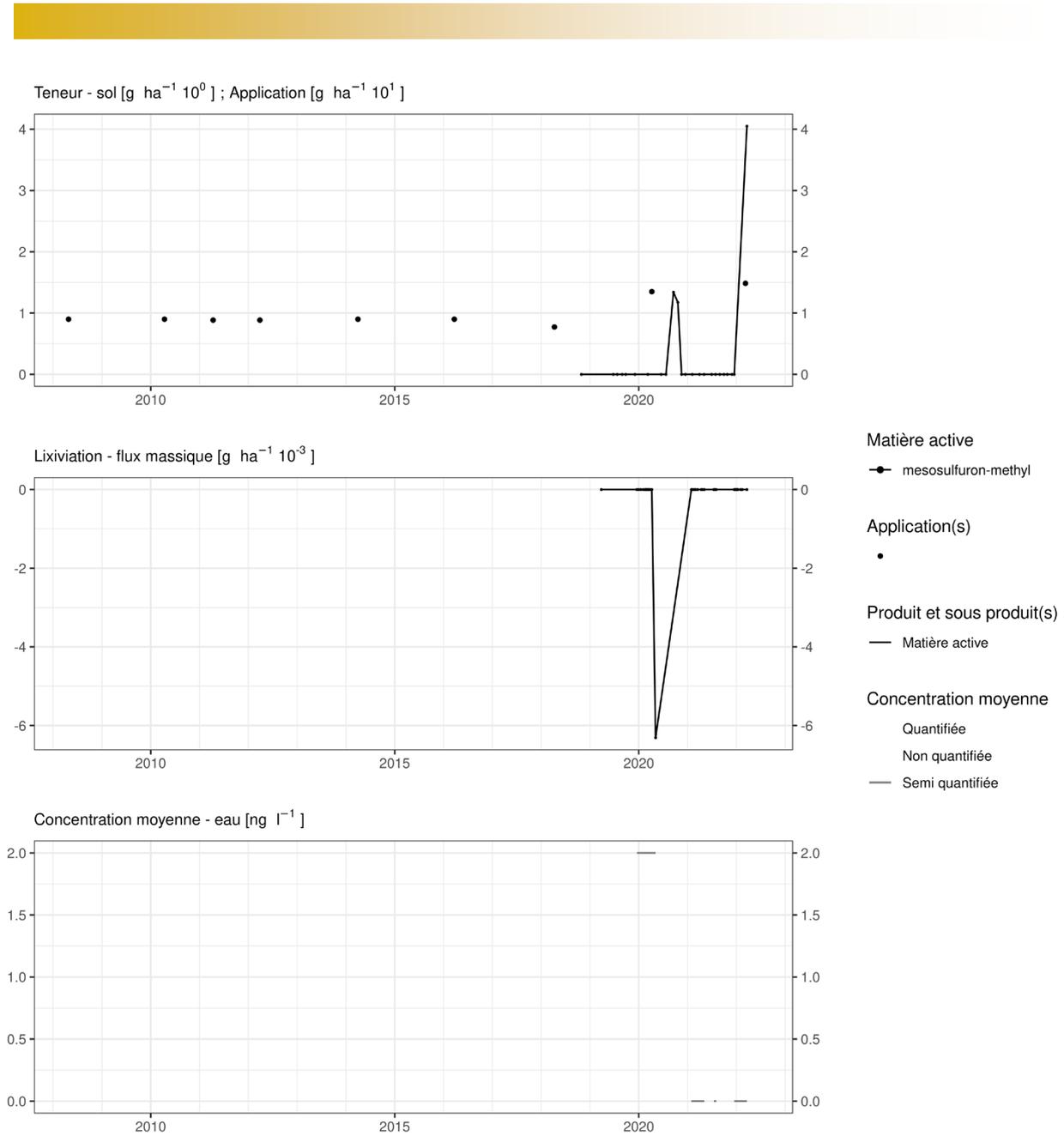


Figure 197. Applications et suivi de la teneur en mesosulfuron methyl dans la parcelle SR8.



**Figure 198. Applications et suivi de la teneur en mesosulfuron methyl dans la parcelle SR12.**

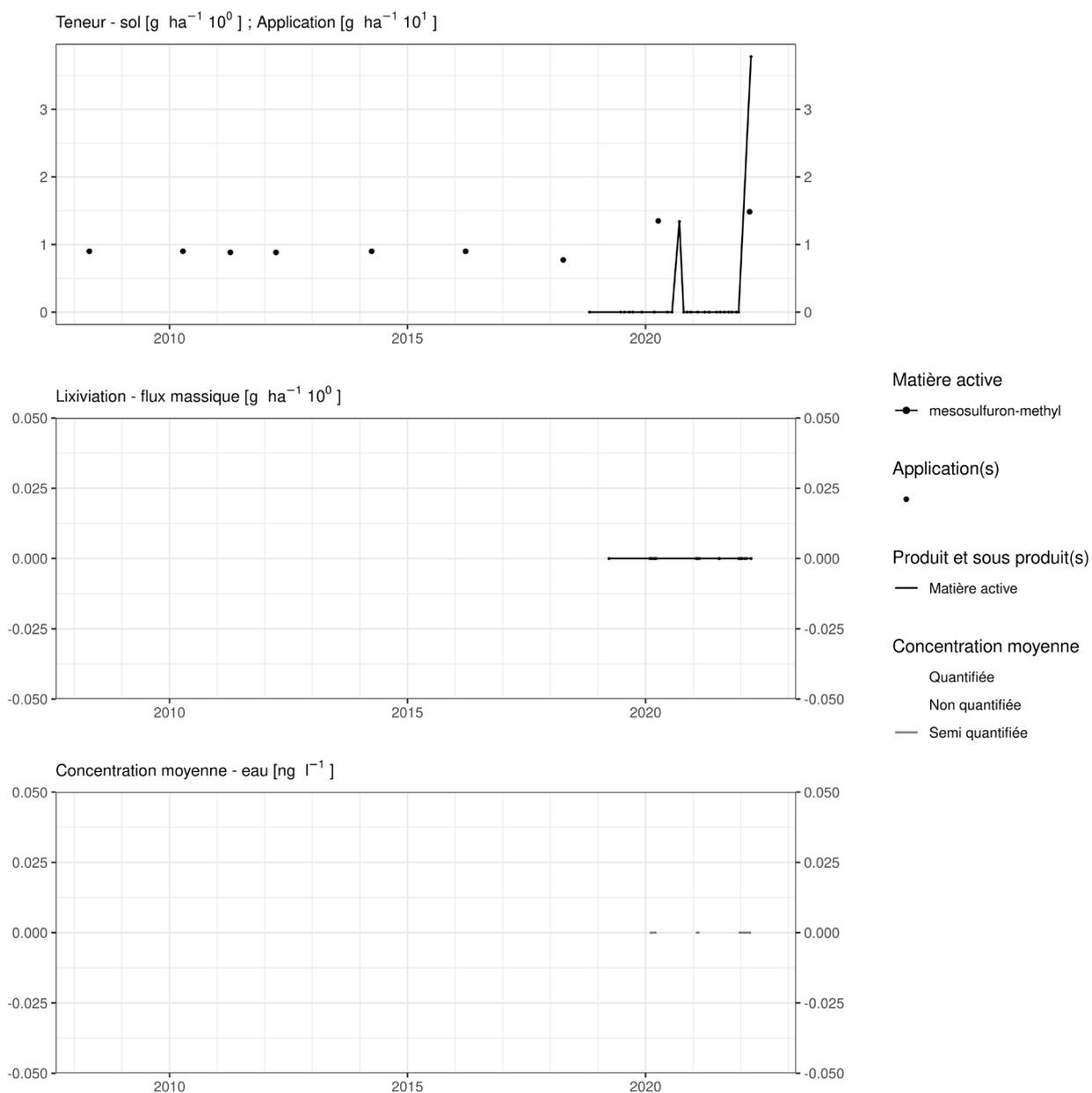


Figure 199. Applications et suivi de la teneur en mesosulfuron methyl dans la parcelle SR16.

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.37 Mesotrione

La mesotrione est un herbicide utilisé sur culture de maïs dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette matière active a été suivie de 2018 à mai 2022 avec une LOQ de  $5.6 \mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ , ce qui est élevé. Cependant son temps de demi-vie dans les sols n'est que de 5 jours.

Quelques jours après une application de cette matière active sur les parcelles Sol-Résidus (figures 200 à 203), elle est décelée dans le sol à une concentration équivalente à l'apport (quelques dizaines de grammes par hectare).

Un mois après l'apport, cette matière n'est plus décelée dans le sol.

### **EAU**

Cette matière active a été suivie dans l'eau de 2018 à mai 2022 avec une LOQ de  $0.14 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ , ce qui est trop élevé. Son indice de lixiviation est faible puisqu'il est de 1.45.

Mis à part deux observations, cette matière active n'est pas présente aux exutoires des lysimètres.

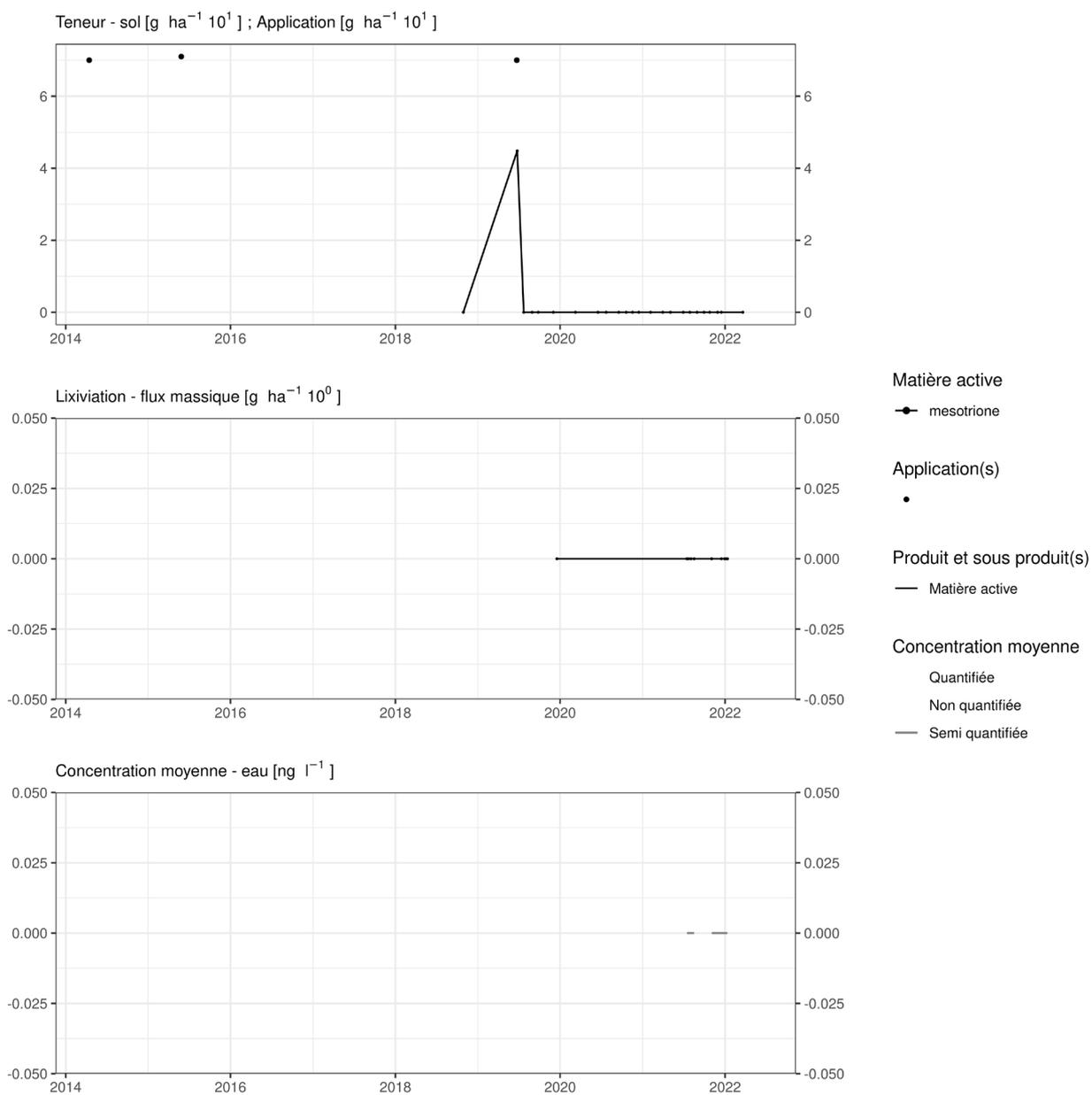
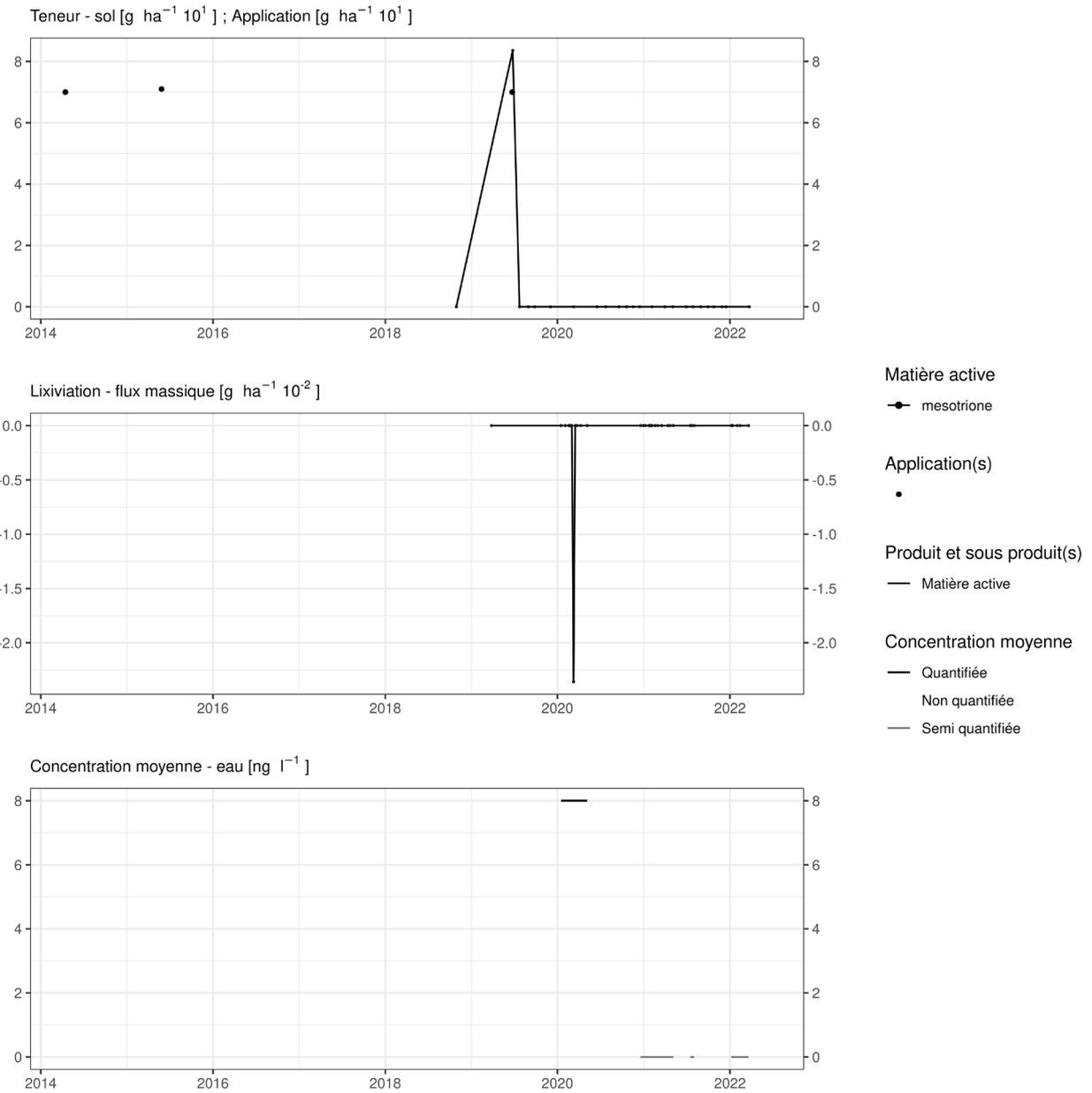
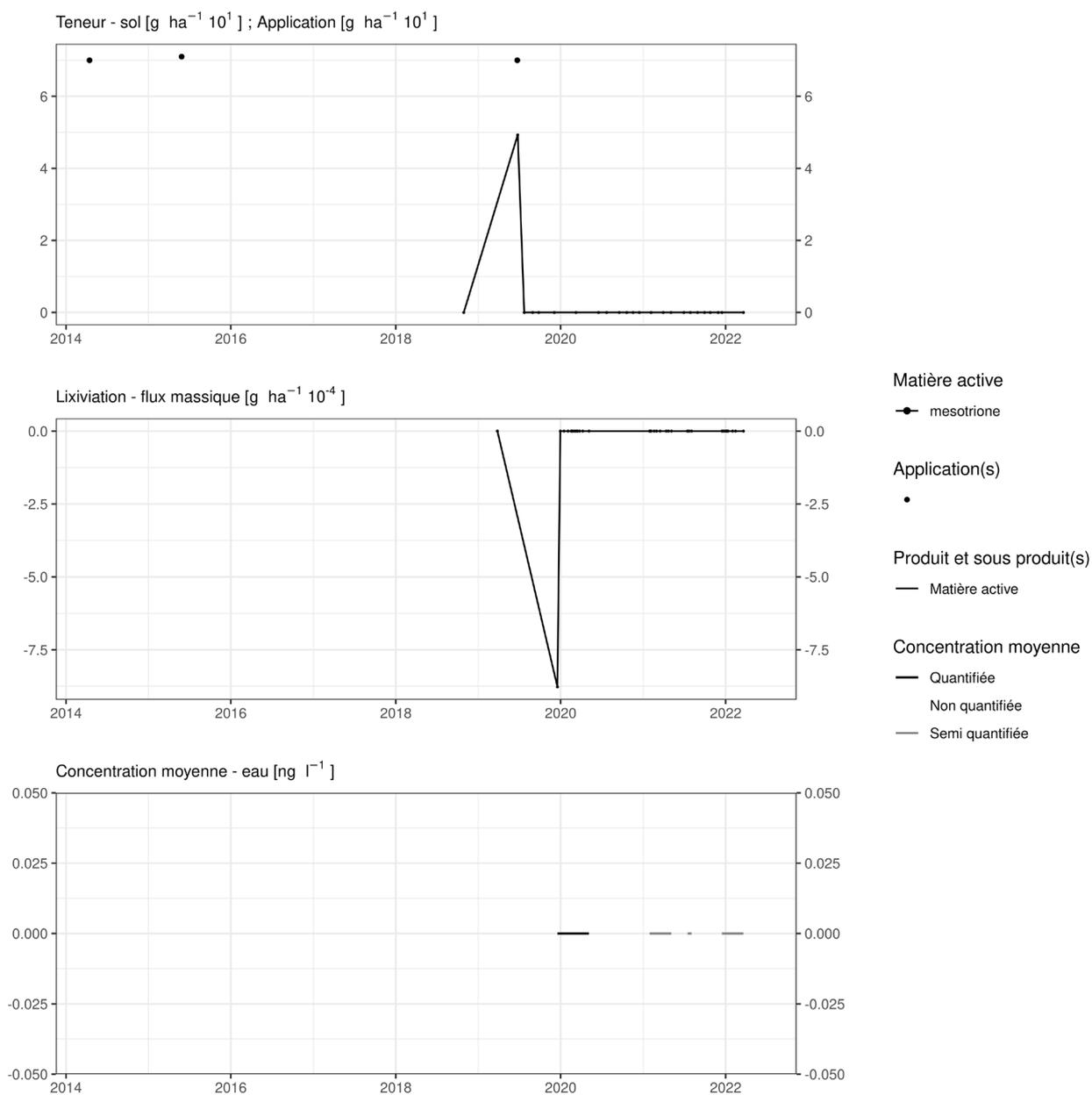


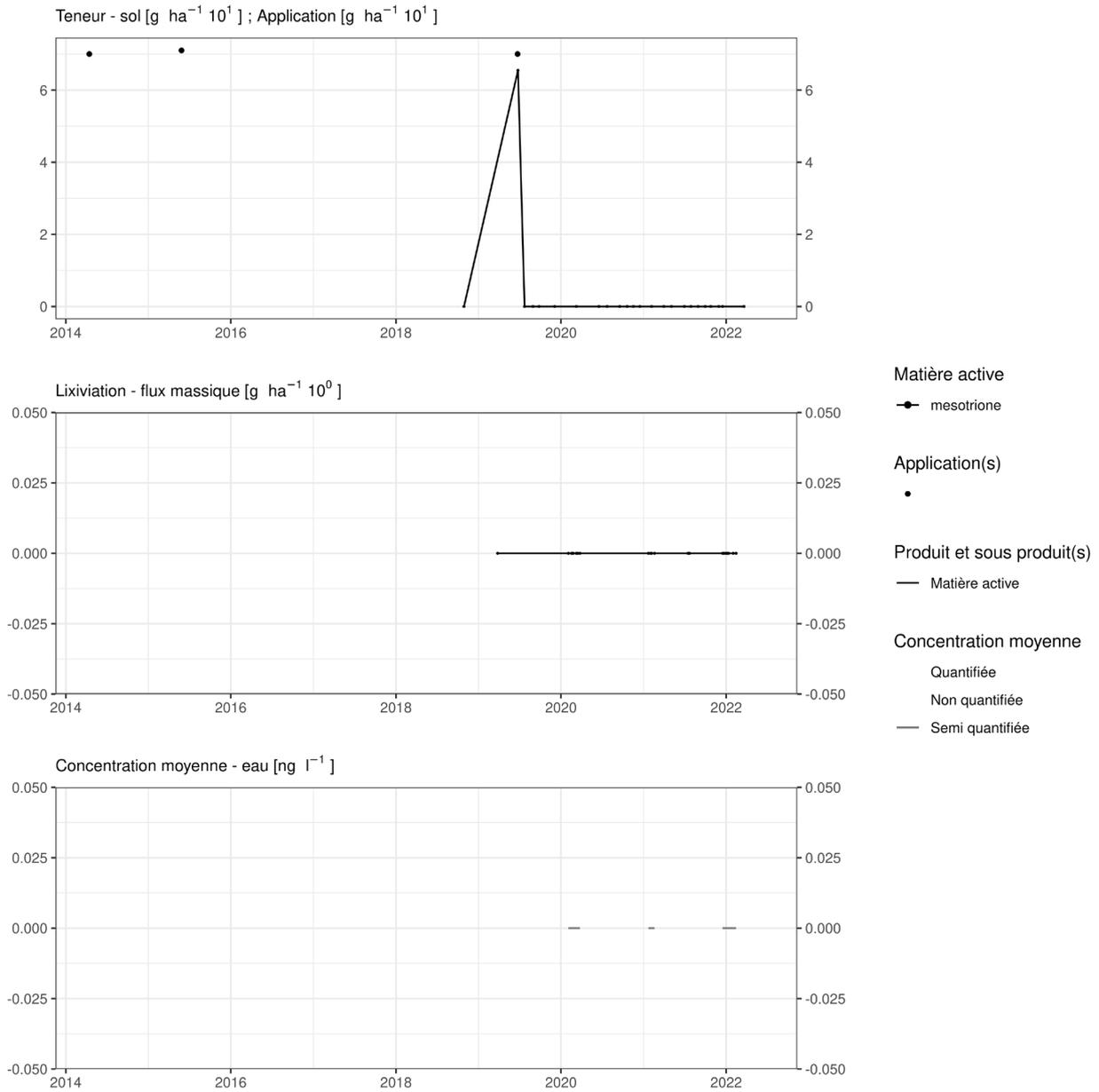
Figure 200. Applications et suivi de la teneur en mesotrione dans la parcelle SR4.



**Figure 201. Applications et suivi de la teneur en mesotrione dans la parcelle SR8.**



**Figure 202. Applications et suivi de la teneur en mesotrione dans la parcelle SR12.**



**Figure 203. Applications et suivi de la teneur en mesotrione dans la parcelle SR16.**

### EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.38 Metamitron

Le metamitron est un herbicide utilisé sur culture de betterave dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette matière active est suivie depuis 2018 avec une LOQ de  $0.8 \mu\text{g.kg}^{-1}$  puis, à partir de mai 2022, de  $0.5 \mu\text{g.kg}^{-1}$ . Sa DT50 est de 11.1 jours dans le sol, ce qui est faible.

Les observations (figures 204 à 211) réalisées dans les huit parcelles équipées de lysimètres offrent divers enseignements.

Le metamitron desamino, est mesuré dans un échantillon prélevé avant 2018 et analysé par l'ISSeP. Le CRA-W ne quantifie pas ce métabolite. Quelques jours après l'apport de metamitron, seul le metamitron desamino est visible (Haute Bova et Chemin de fer en 2018) : un apport d'un peu plus de  $500 \text{g.ha}^{-1}$  engendre une concentration de ce métabolite d'une centaine de grammes par ha.

Quelques semaines après un traitement, les observations sont les suivantes :

- sur la parcelle Haute Bova, un apport d'un peu plus de  $1400 \text{g.ha}^{-1}$  réalisé au printemps 2022 engendre, fin d'été de la même année, une concentration dans le sol de l'ordre de  $250 \text{g.ha}^{-1}$ ;
- sur la parcelle Chemin de fer, un même traitement en 2018 engendre, fin d'été de la même année, une concentration dans le sol d'environ  $80 \text{g.ha}^{-1}$  ;
- sur la parcelle Bovenistier, trois apports totalisant un peu plus de  $1400 \text{g.ha}^{-1}$  au printemps 2019 conduisent, en été 2019 à une concentration dans le sol de  $50 \text{g.ha}^{-1}$ ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, trois apports totalisant un peu plus de  $1500 \text{g.ha}^{-1}$  ont été réalisés au printemps 2021. La concentration dans le sol a atteint en été environ  $20 \text{g.ha}^{-1}$ .

Quelques mois après un traitement, les observations indiquent des concentrations dans le sol qui n'excèdent pas la dizaine de grammes par hectare.

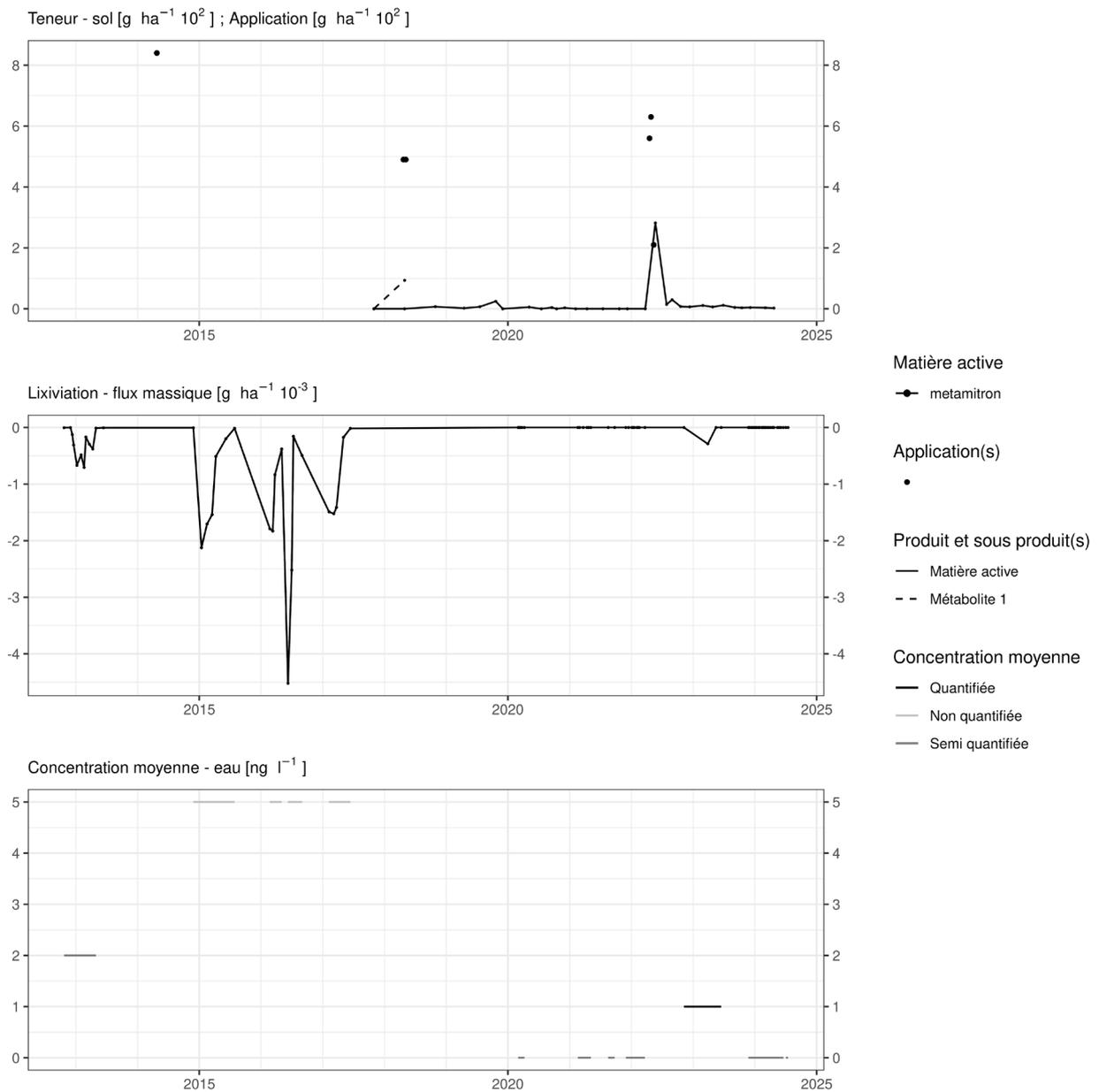
A plus long terme (environ quatre ans après l'apport), la substance n'est plus décelée dans le sol (Haute Bova, Chemin de fer, Bovenistier, Sole 4).

### **EAU**

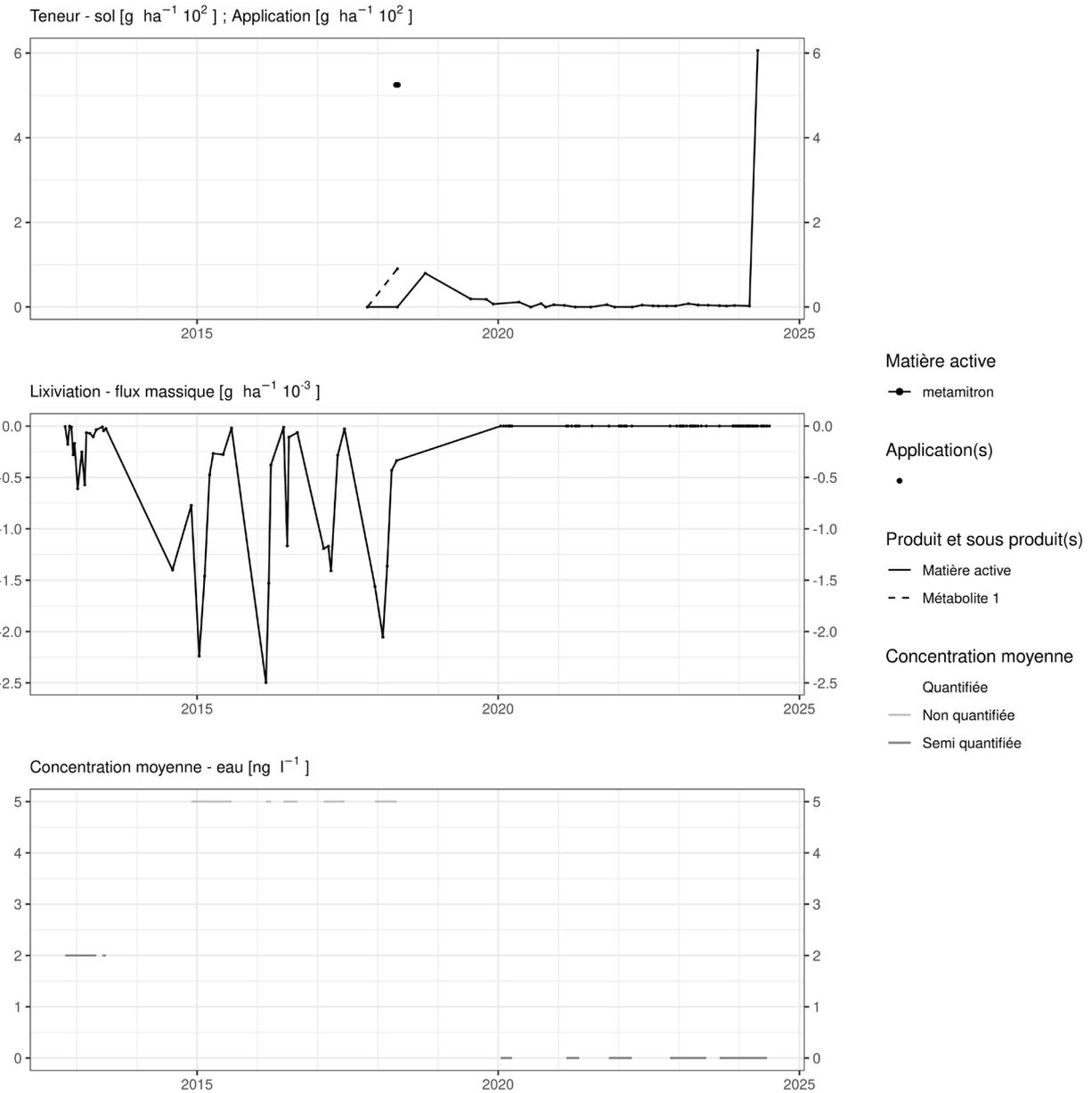
Dans l'eau, cette matière active est suivie depuis 2018 avec une LOQ de  $0.02 \mu\text{g.L}^{-1}$  puis de  $0.1 \mu\text{g.L}^{-1}$  à partir de mai 2022. Son indice GUS est de 2.16.

Cette matière active a été observée dans les échantillons d'eau collectés aux exutoires de trois des quatre lysimètres de Sol-Résidus fin du printemps 2021 (reprise d'écoulement suite à une forte pluviométrie) après des apports réalisés quelques semaines auparavant. Les flux observés (de  $0,02$  à  $0,2 \text{g.ha}^{-1}$ ) représentent au maximum  $0,01 \%$  de la quantité apportée.

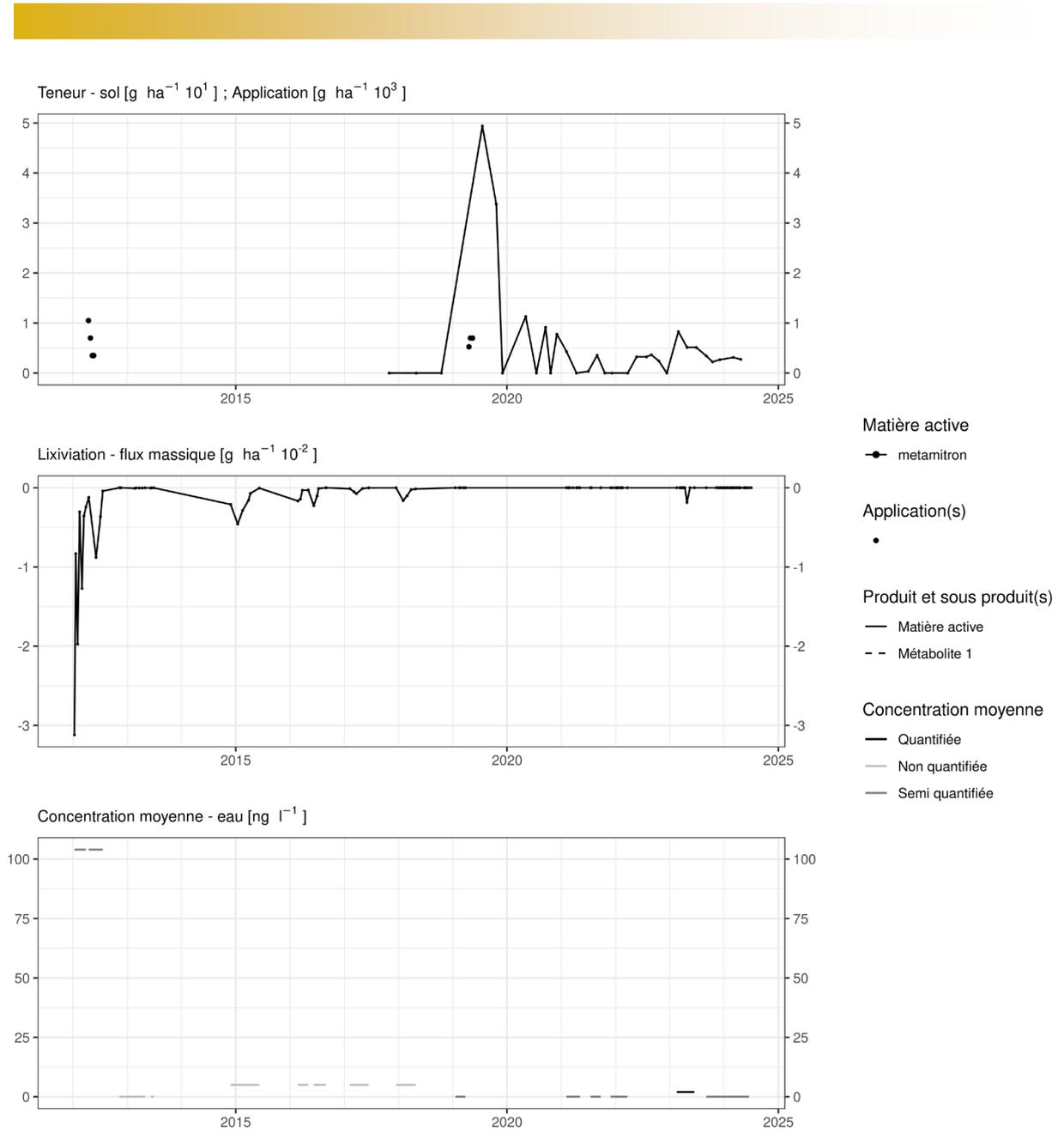
Les concentrations moyennes de saison de drainage sont généralement inférieure à la LOQ. A l'échelle d'une période de drainage, la concentration moyenne estimée n'est que de quelques  $\text{ng.L}^{-1}$ .



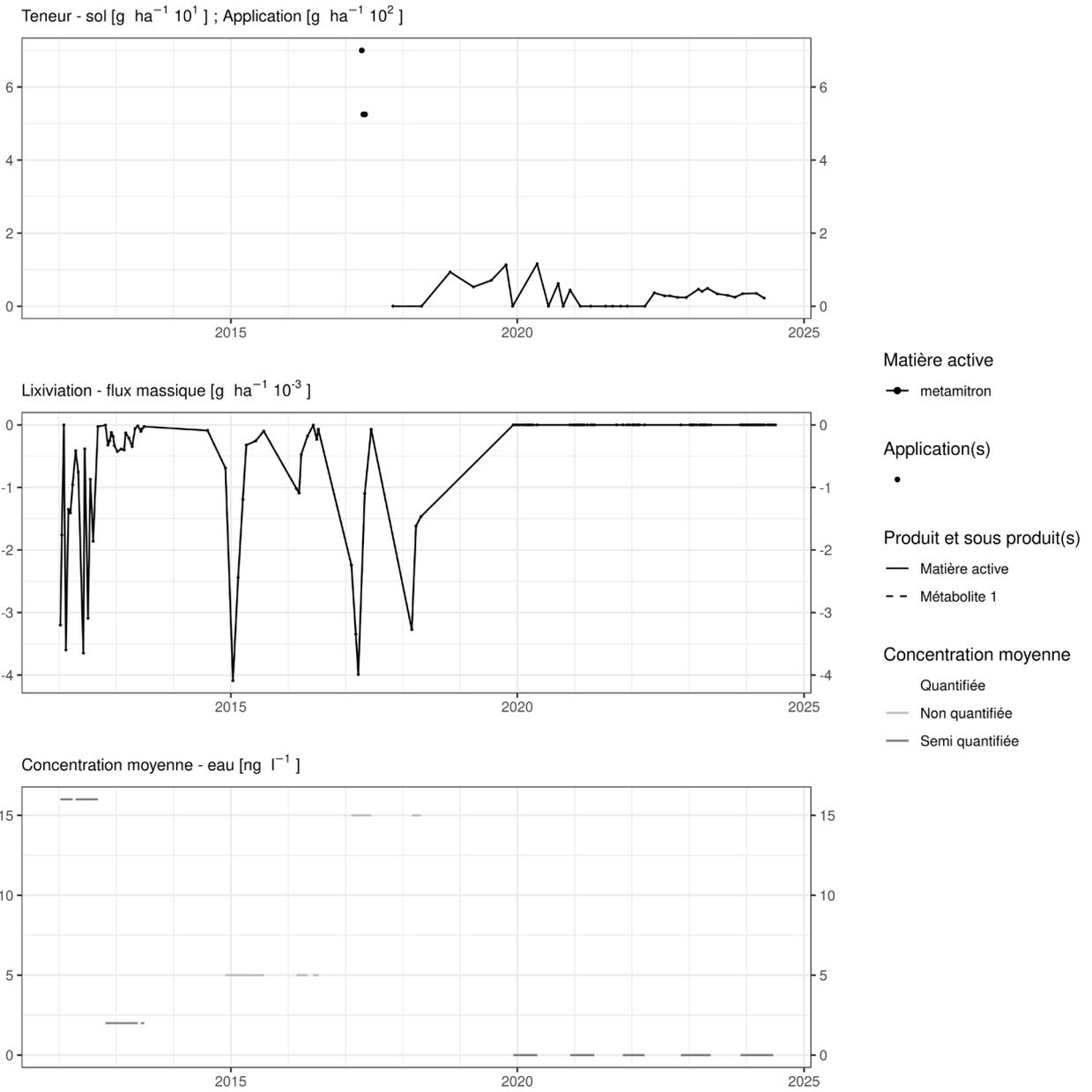
**Figure 204. Applications et suivi de la teneur en metamitron et de son métabolite (metamitron desamino libellé 'Métabolite 1') dans la parcelle Haute Bova.**



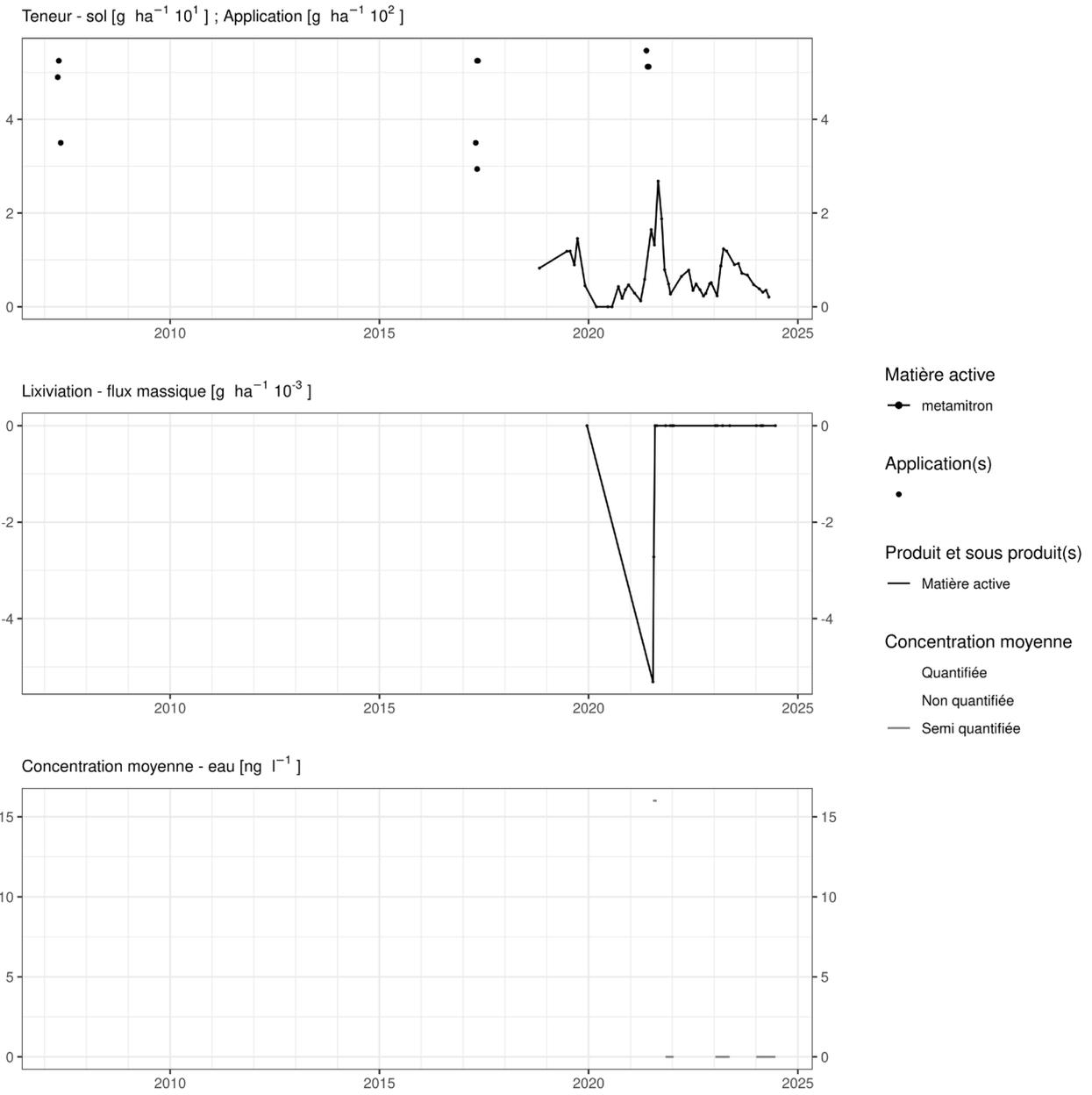
**Figure 205. Applications et suivi de la teneur en metamitron et de son métabolite (metamitron desamino libellé 'Métabolite 1') dans la parcelle Chemin de fer.**



**Figure 206. Applications et suivi de la teneur en metamitron dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 207. Applications et suivi de la teneur en metamitron dans la parcelle Sole 4.**



**Figure 208. Applications et suivi de la teneur en metamitron dans la parcelle SR4.**

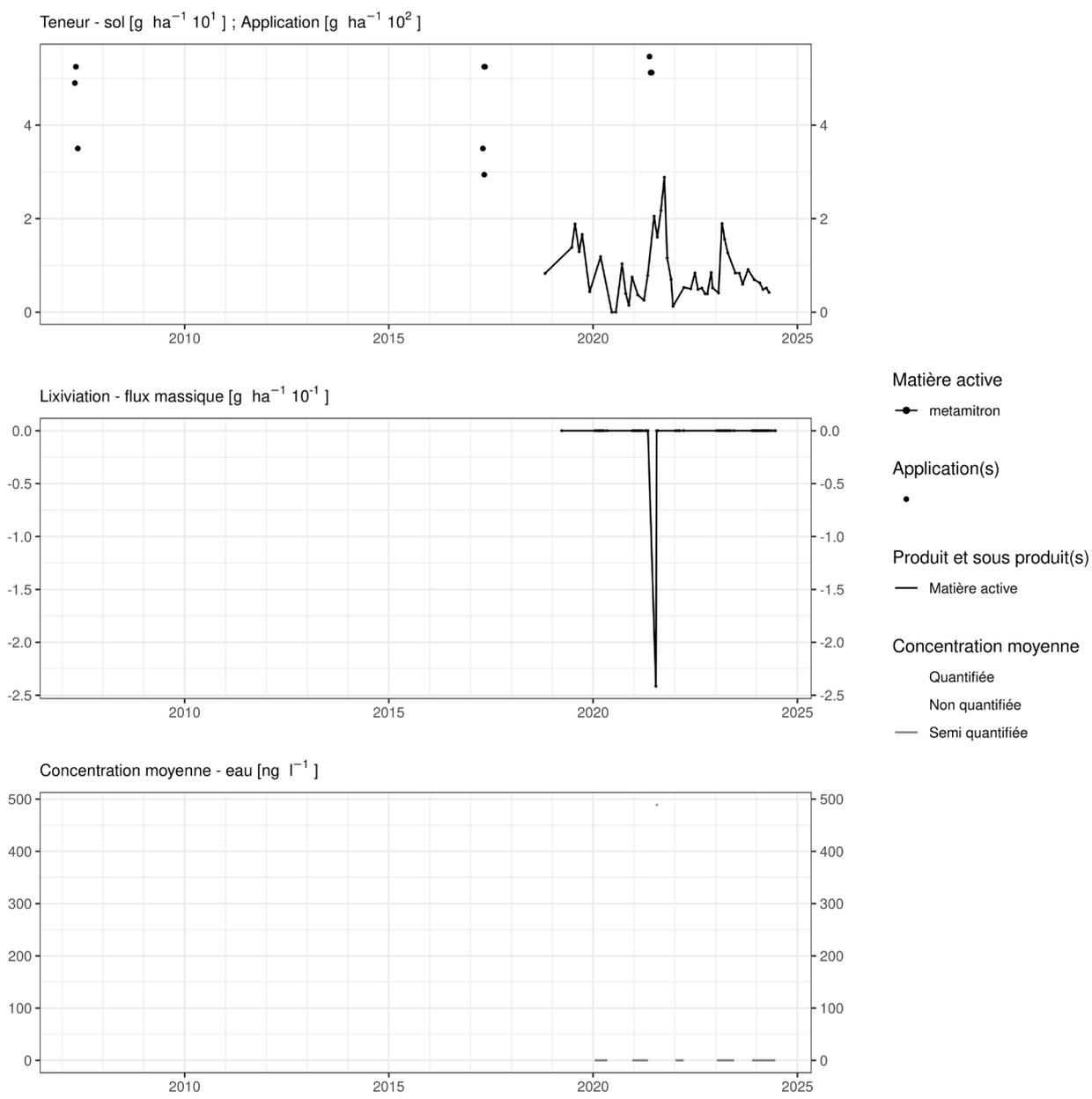


Figure 209. Applications et suivi de la teneur en metamitron dans la parcelle SR8.

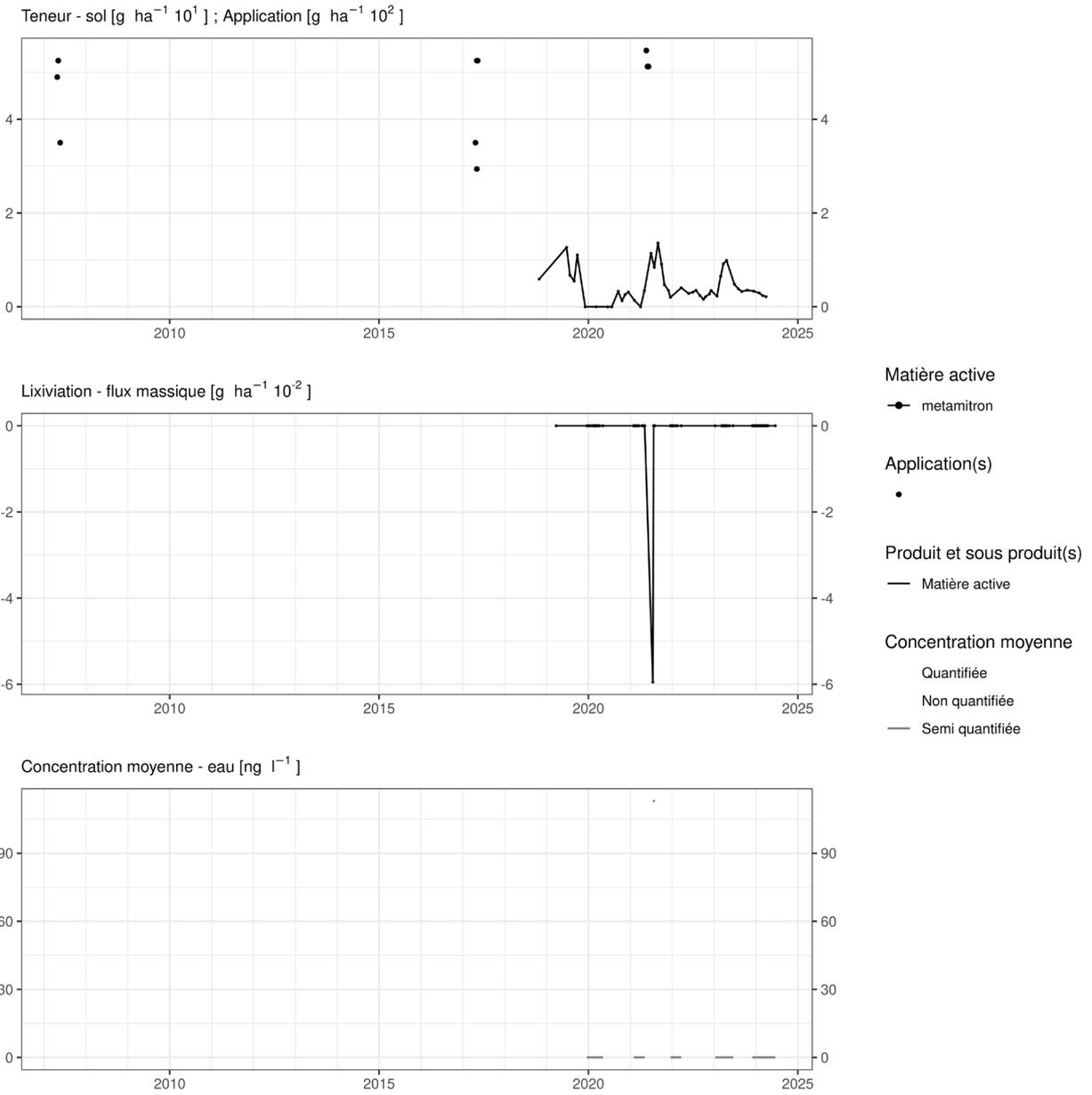
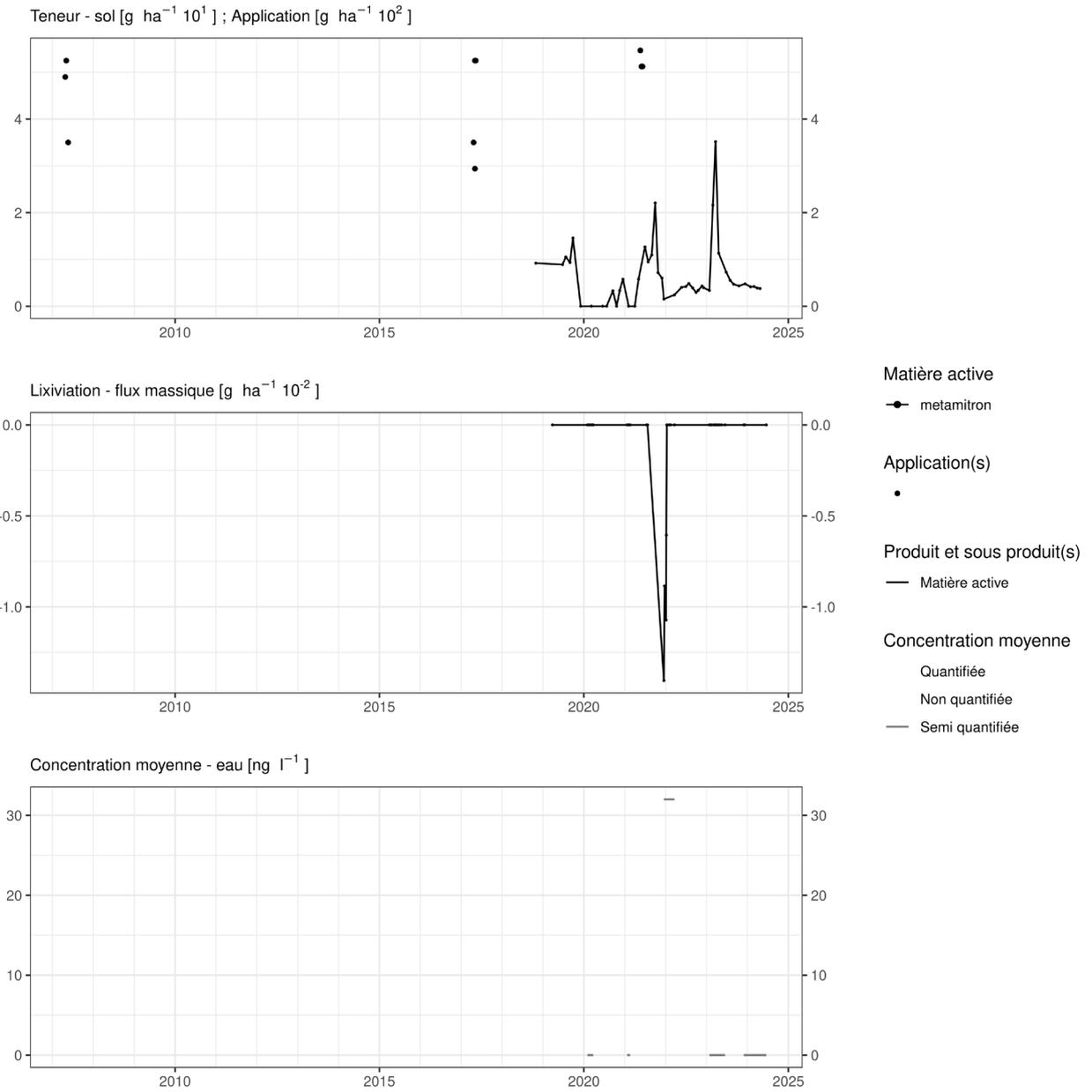


Figure 210. Applications et suivi de la teneur en metamitron dans la parcelle SR12.



**Figure 211. Applications et suivi de la teneur en metamitron dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines.

La figure 212 illustre sa présence dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 821 ouvrages suivis, un présente une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil (100 ng.L<sup>-1</sup>).

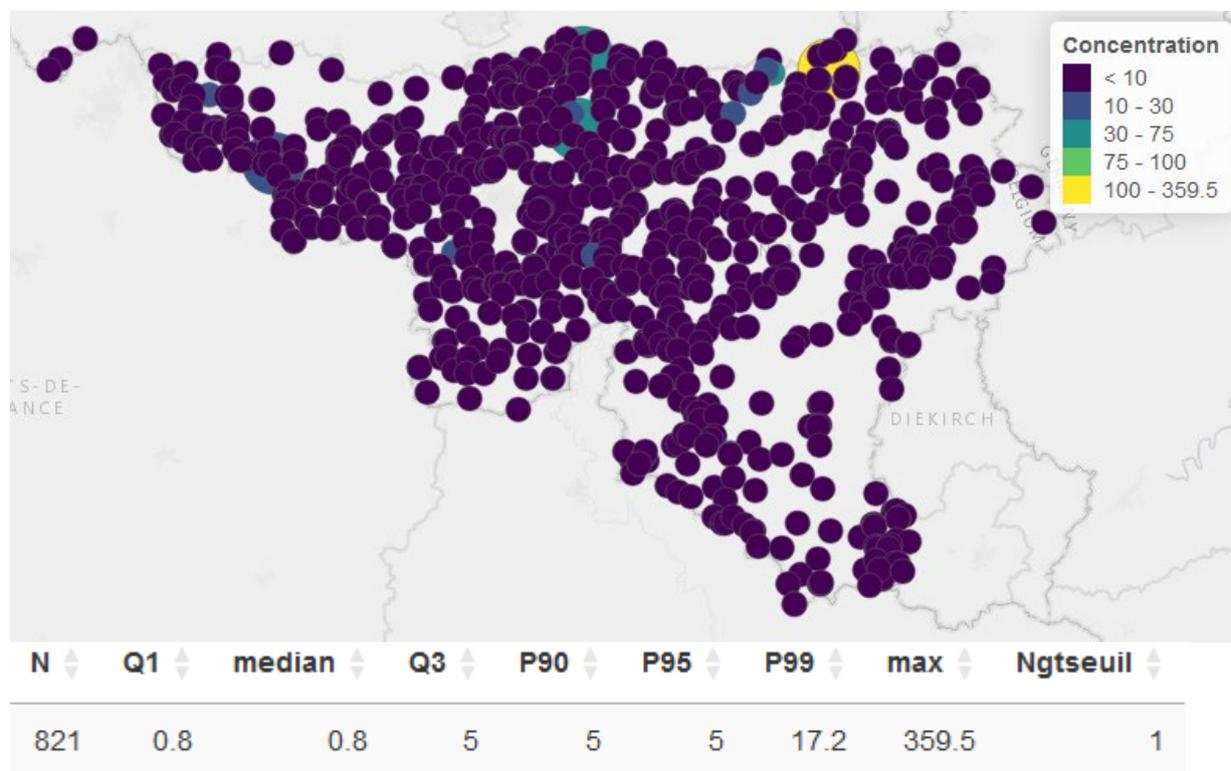


Figure 212. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en metamitron observées dans les eaux souterraines.

## 14.39 Metazachlore

Le metazachlore est un herbicide utilisé sur culture de colza et de poireaux dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette matière active a été suivie dans le sol entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de 0.4  $\mu\text{g.kg}^{-1}$ . Sa DT50 dans le sol est de 6.8 jours.

Son métabolite n'a pas été suivi dans le sol.

Cette matière active n'a pas été 'récemment' utilisée sur les parcelles équipées d'un lysimètre.

Plusieurs années après un traitement, les observations suivantes peuvent être faites :

- sur la parcelle Bovenistier (figure 213), une application de 750  $\text{g.ha}^{-1}$  en 2010 n'a pas été décelée dans les analyses de sol réalisées à partir de 2016 ;
- sur les parcelles Sol-Résidus (figures 217 et 218), une application de 800  $\text{g.ha}^{-1}$  en 2008 n'a pas été décelée dans les analyses de sols réalisées à partir de 2018 ;
- sur les parcelles Sole 4 et Chemin de fer, des traitements antérieurs à 2010 ne sont pas détectés dans le sol.

### **EAU**

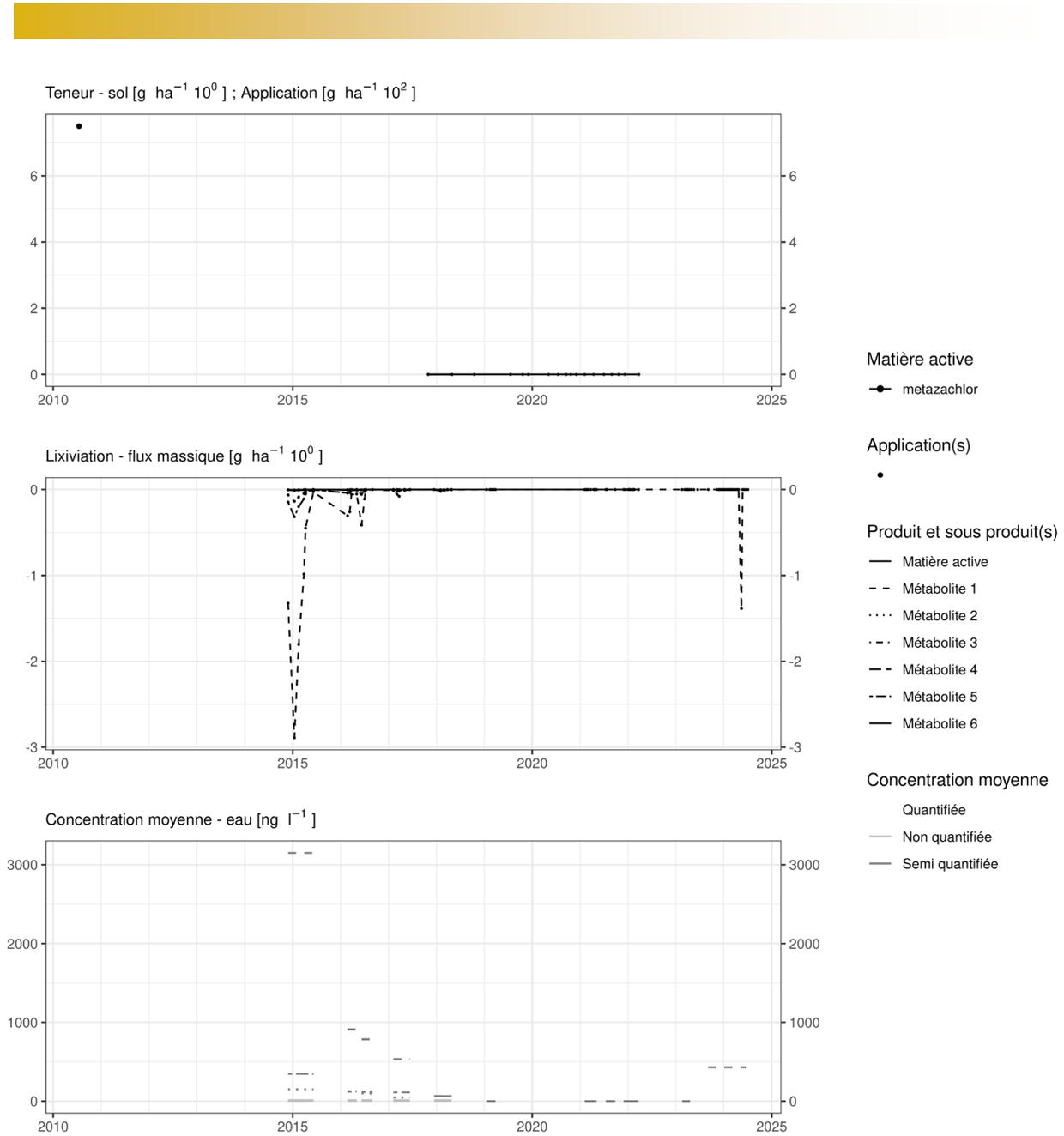
Cette matière active a été suivie dans l'eau entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de 0.02  $\mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice GUS 1.75.

Son métabolite, le métazachlore ESA, est suivi dans l'eau avec une LOQ de 0.05  $\mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice lixiviation est très élevé de 6.8.

Les métabolites du metazachlore sont observés à l'exutoire des lysimètres jusqu'à cinq ans après le traitement (Bovenistier) et quinze ans après le traitement (Sol-Résidus).

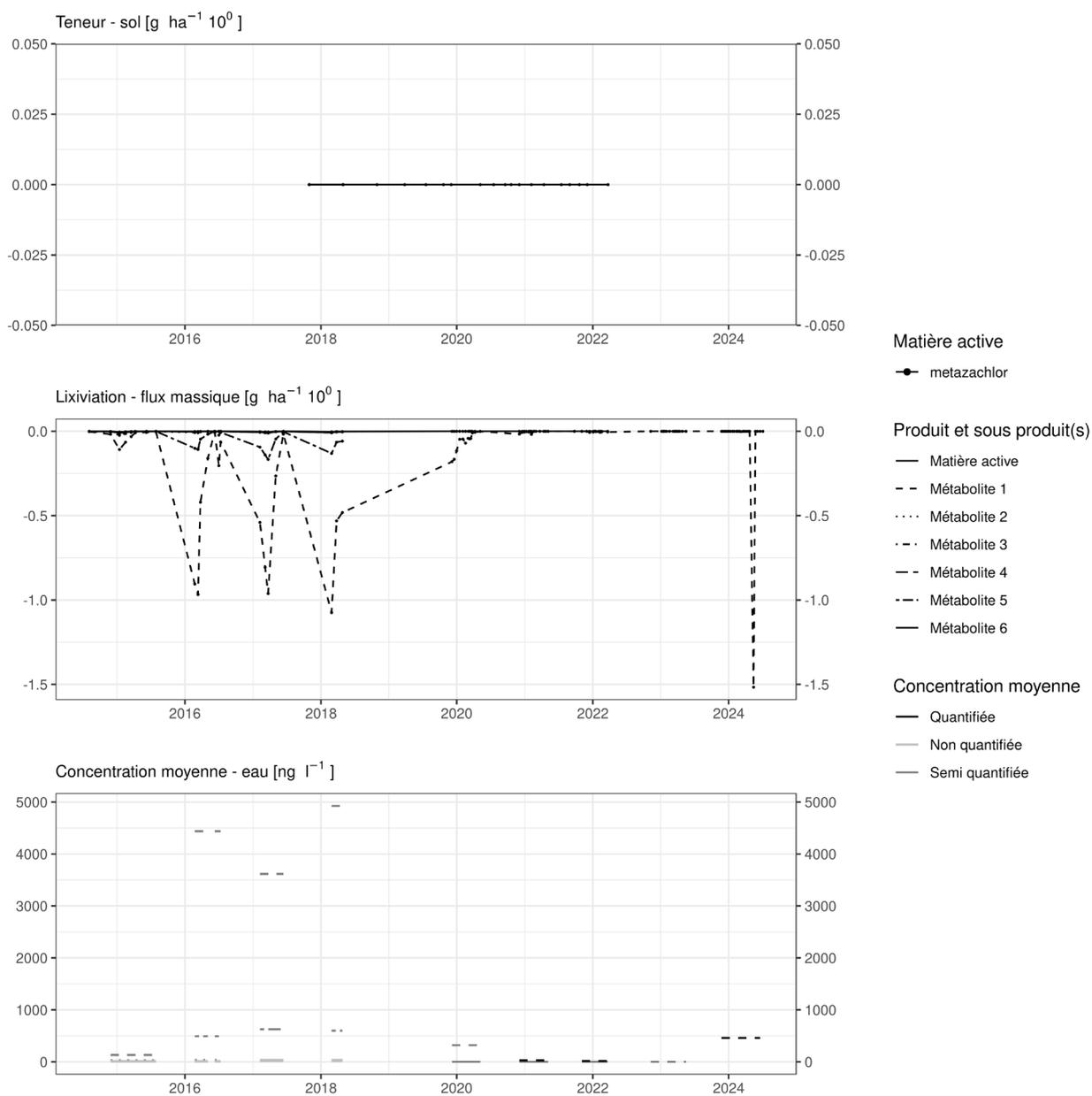
Pour les parcelles Sole 4 (figure 214) et Chemin de fer (figure 215), aucun traitement de metazachlore n'est renseigné depuis 2010. Compte tenu des autorisations d'usages actuelles, sur ces deux parcelles, aucune culture susceptible d'être traitée avec cette matière active n'a été emblavée depuis 2002. Les flux de métabolites observés jusqu'en 2021 et 2017 à l'exutoire de ces deux lysimètres devraient donc être la conséquence d'un (ou plusieurs) traitement antérieur à 2002.

En termes de concentration moyenne du métabolite ESA à l'échelle d'une période de lixiviation, les observations indiquent des valeurs comprises entre quelques  $\text{ng.L}^{-1}$  et 5000  $\text{ng.L}^{-1}$ . La matière active mère n'est que rarement observée à plus de quelques  $\text{ng.L}^{-1}$ .

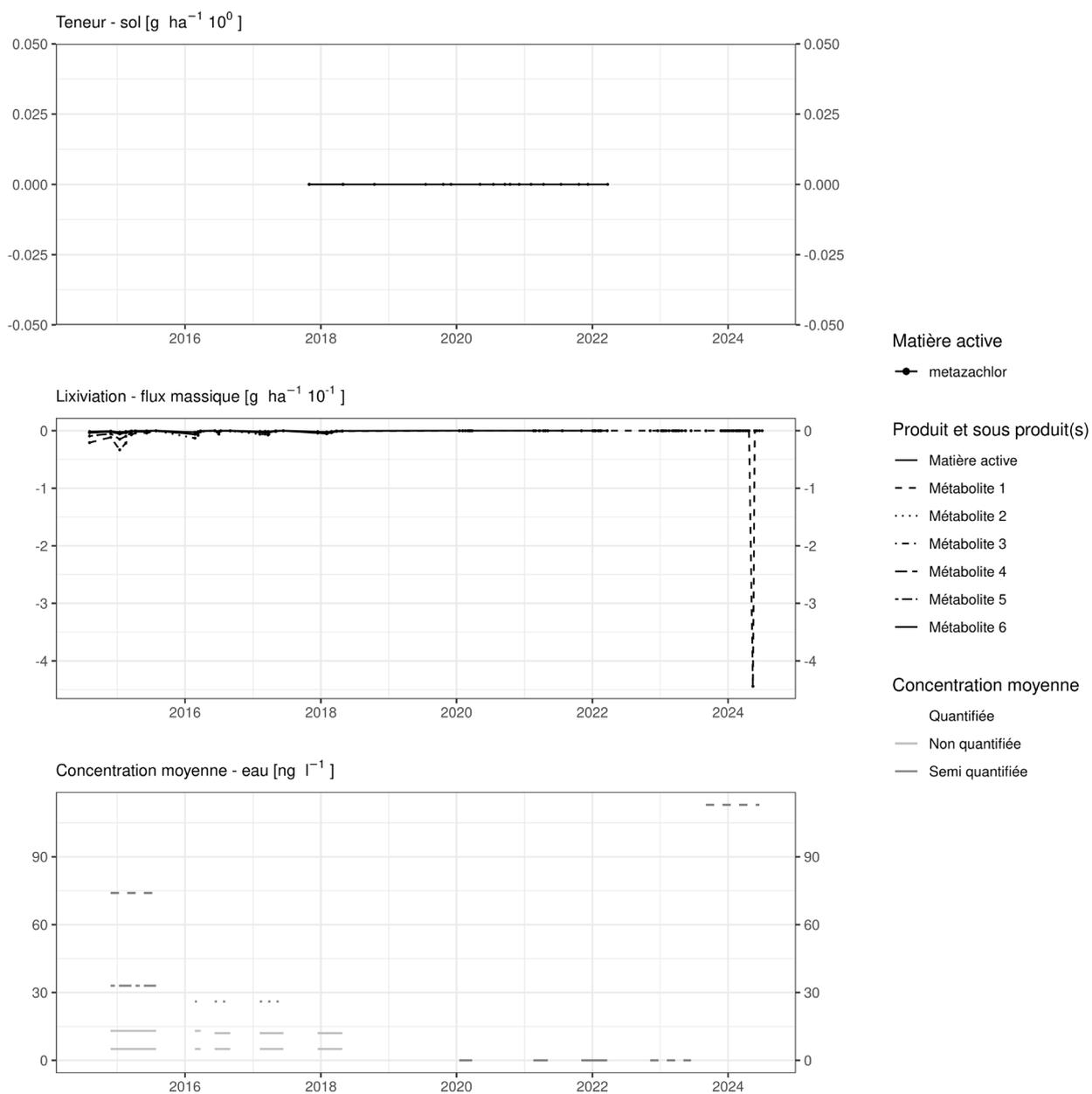


**Figure 213. Applications et suivi de la teneur en metazachlore dans la parcelle Bovenistier.**

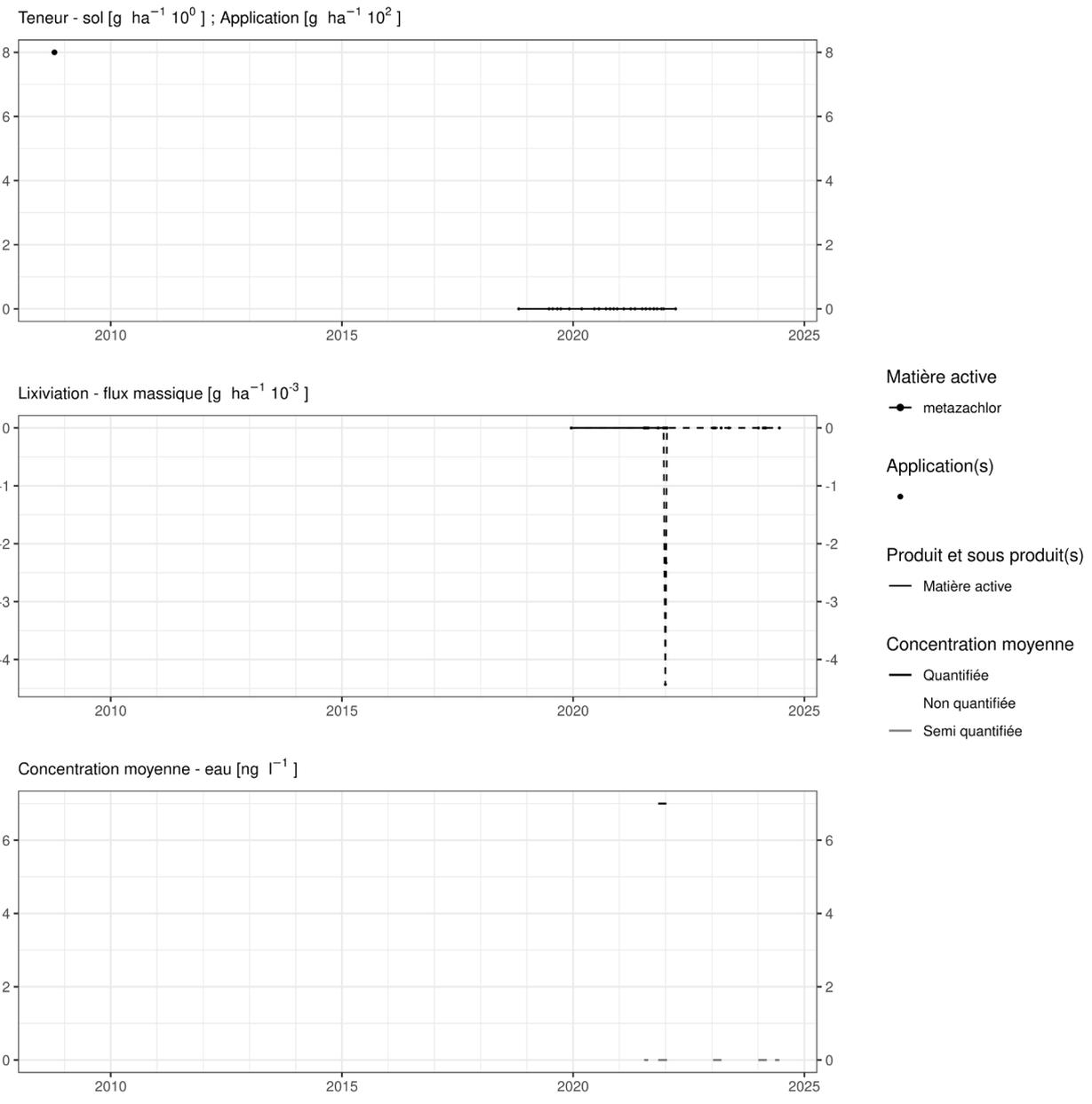
<b>Métabolite 1 = metazachlore ESA</b>	<b>Métabolite 3 = BH 479-9</b>	<b>Métabolite 5 = BH 479-12</b>
<b>Métabolite 2 = metazachlore OA</b>	<b>Métabolite 4 = BH 479-11</b>	<b>Métabolite 6 = BH 479-6</b>



**Figure 214. Applications et suivi de la teneur en metazachlore dans la parcelle Sole 4.**



**Figure 215. Applications et suivi de la teneur en metazachlore dans la parcelle Chemin de fer.**



**Figure 216. Applications et suivi de la teneur en metazachlore dans la parcelle SR4.**

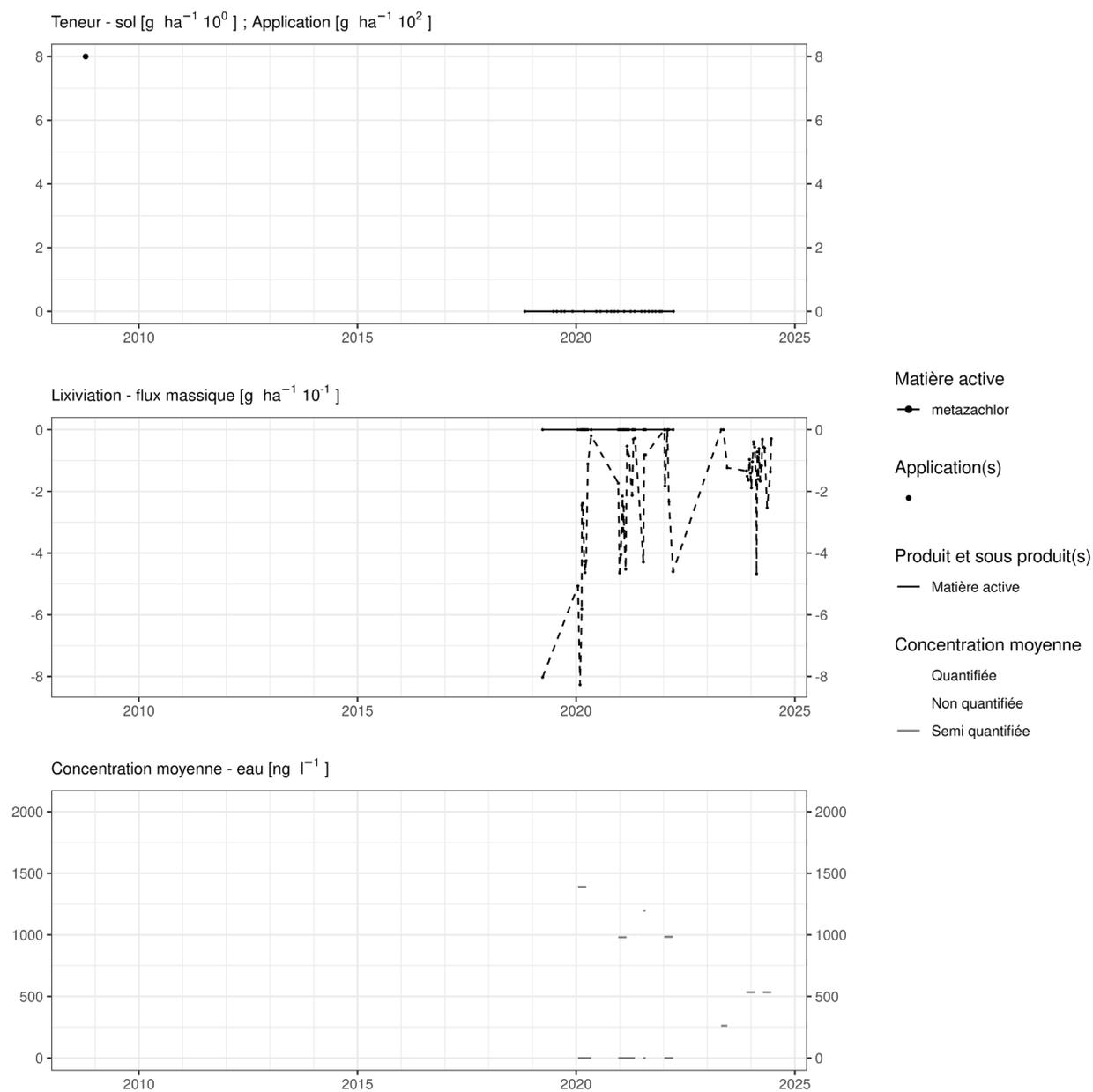
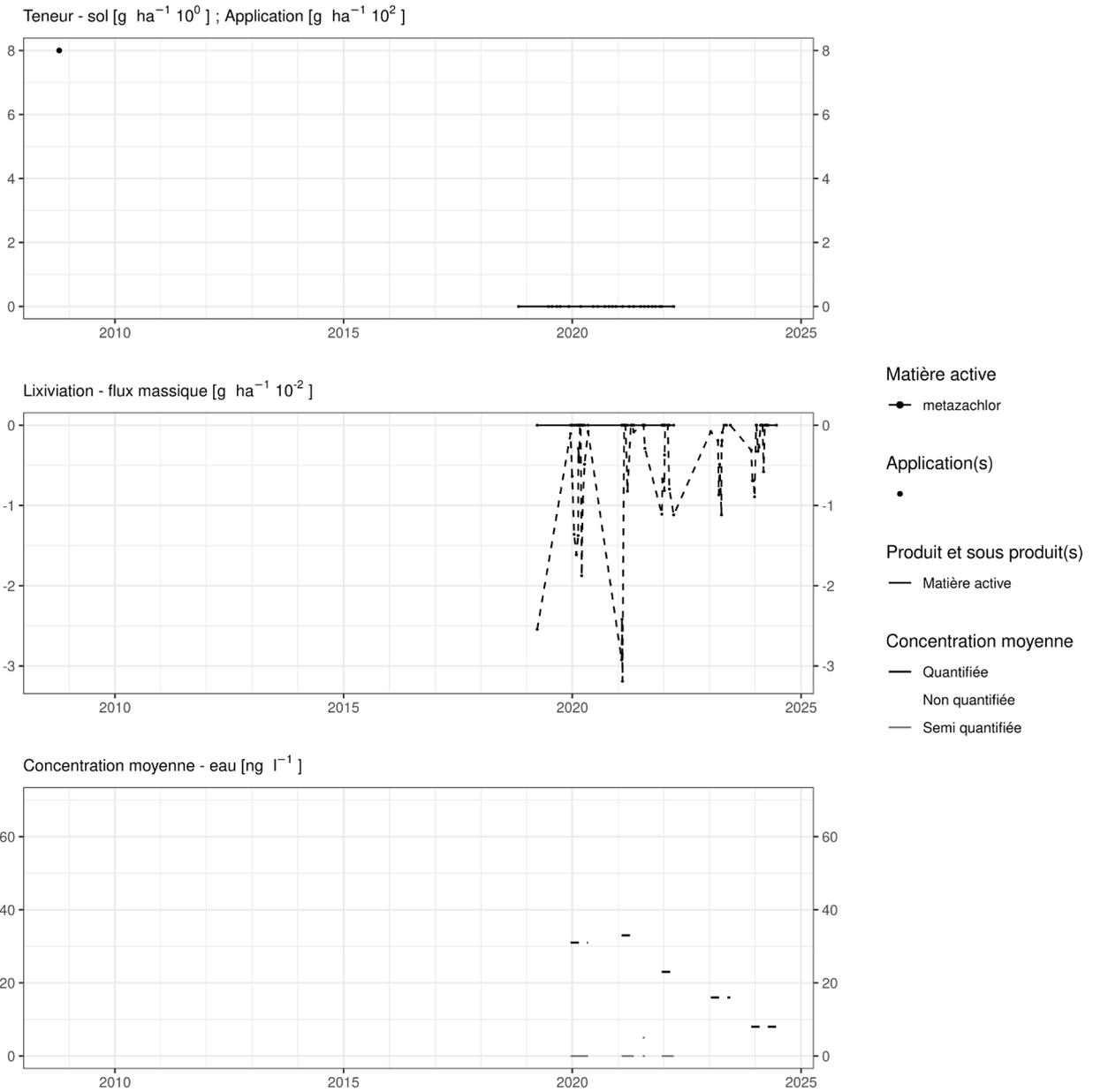
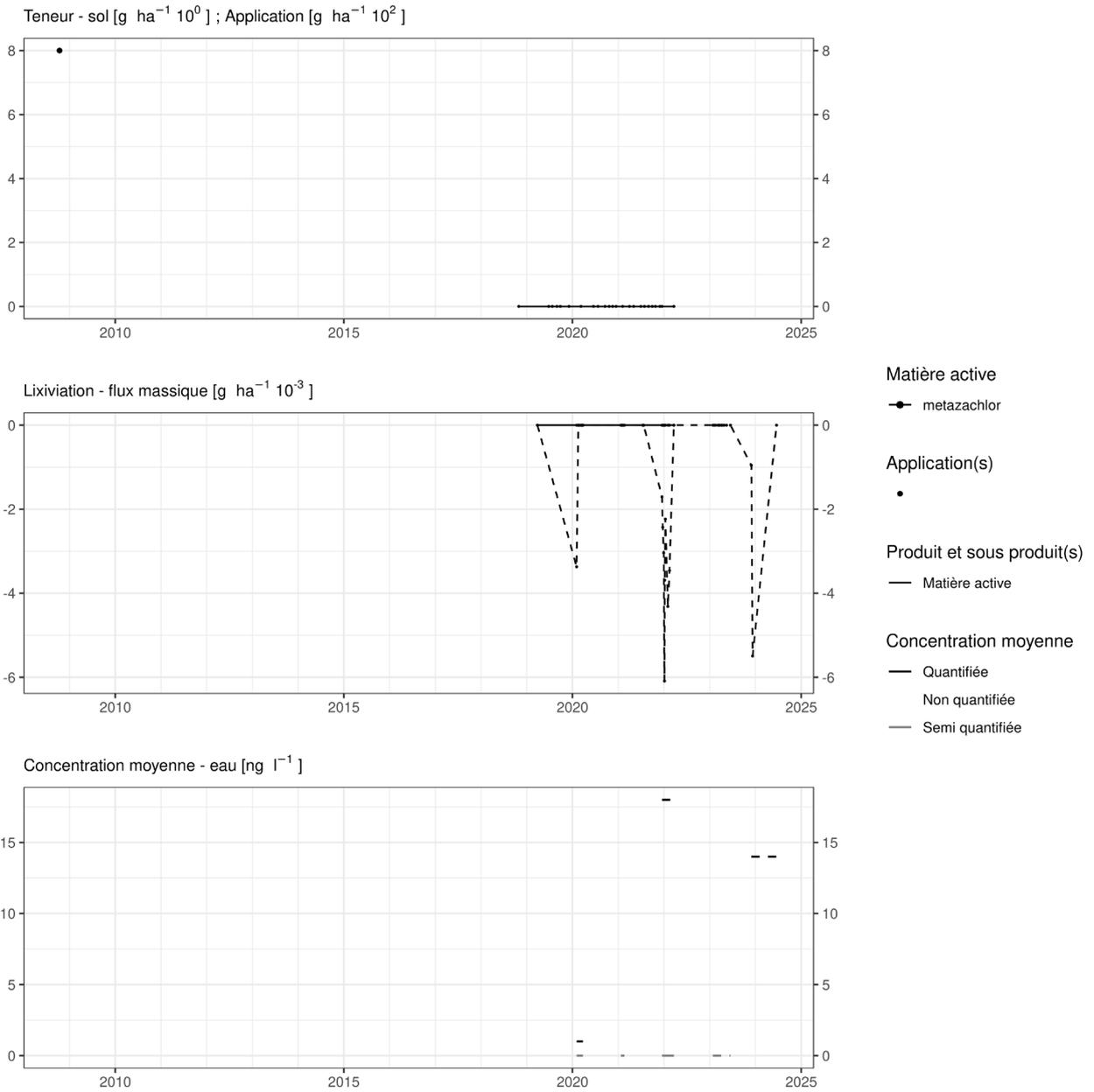


Figure 217. Applications et suivi de la teneur en metazachlore dans la parcelle SR8.



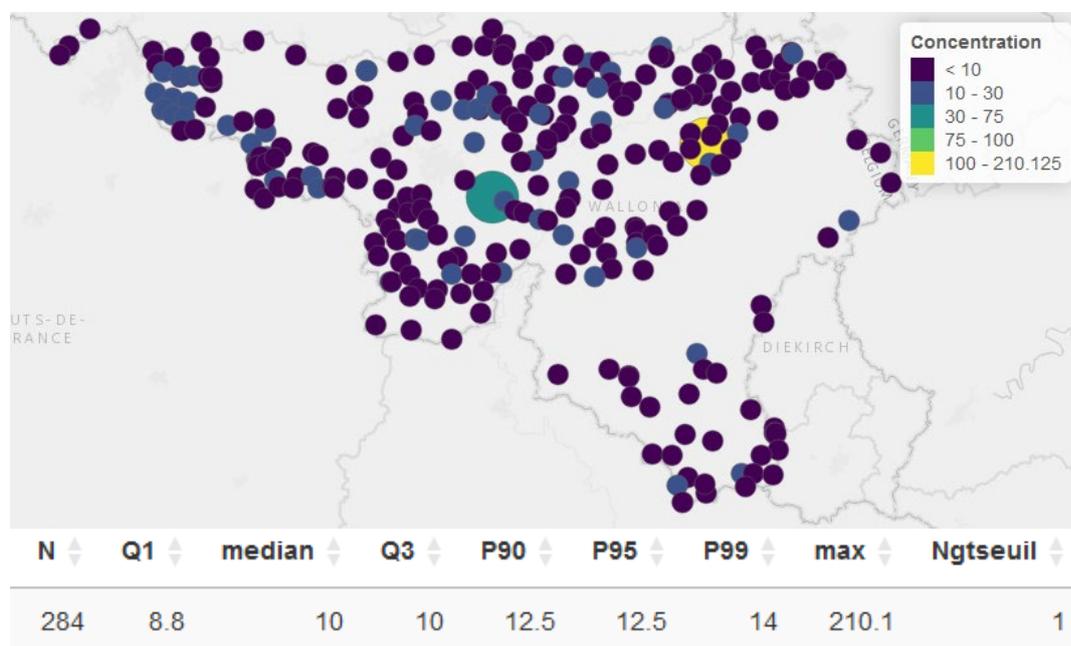
**Figure 218. Applications et suivi de la teneur en metazachlore dans la parcelle SR12.**



**Figure 219. Applications et suivi de la teneur en metazachlore dans la parcelle SR16.**

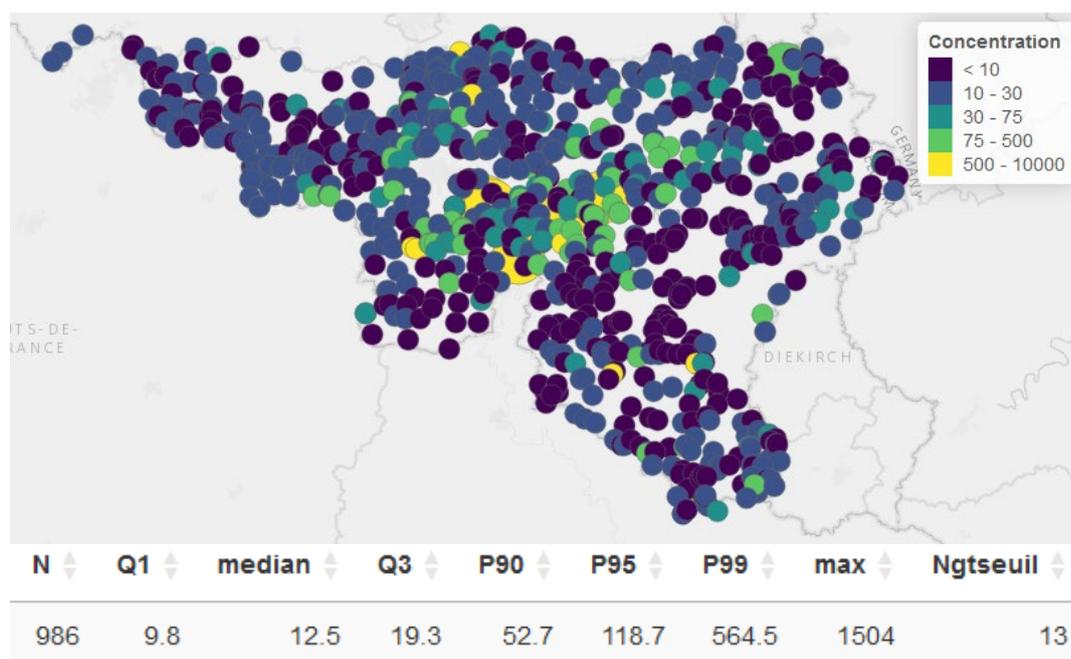
## EAU SOUTERRAINE

La figure 220 illustre sa présence dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 284 ouvrages suivis, un présente une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil (100 ng.L<sup>-1</sup>) pour la matière active.



**Figure 220. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en metazachlore observées dans les eaux souterraines.**

La figure 221 illustre la présence de son principal métabolite dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 986 ouvrages suivis, treize présentent une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil (500 ng.L<sup>-1</sup>) pour ce métabolite.



**Figure 221. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en metazachlore ESA observées dans les eaux souterraines.**

## 14.40 Metolachlore

Le metolachlore est un herbicide essentiellement utilisé sur culture de betterave, chicorée, haricot ou fève des marais dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### SOL

Cette molécule est suivie dans le sol depuis 2018 avec une LOQ de 0.6  $\mu\text{g.kg}^{-1}$ . Son temps de demi-vie dans le sol est de 21 jours. Son métabolite, le metolachlore ESA n'est pas suivi dans le sol.

Quelques semaines après le traitement, les observations (figures 222 à 229) sont les suivantes :

- sur la parcelle Haute Bova, un apport de près de 150  $\text{g.ha}^{-1}$  au printemps 2020 est décelé dans le même ordre de grandeur dans le sol. Un constat identique est également observé au printemps 2022 ;
- sur la parcelle Chemin de fer, un apport de 700  $\text{g.ha}^{-1}$  au printemps 2022 engendre une augmentation de concentration dans le sol similaire à l'apport ;
- sur la parcelle Bovenistier, un apport de 750  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé au printemps 2023 est décelé à une quantité équivalente quelques jours après son application ;
- sur la parcelle Sole 4, un apport d'un peu plus de 450  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé au printemps 2022 engendre une concentration dans le sol d'un peu moins de 300  $\text{g.ha}^{-1}$ .

Quelques mois après un traitement, les observations sont les suivantes :

- sur la parcelle Haute Bova, l'apport de près de 150  $\text{g.ha}^{-1}$  en juin 2020 laisse une quarantaine de grammes par hectare de résidu en septembre. Un constat identique est également observé en 2022 ;
- sur la parcelle Bovenistier, un apport d'environ 650  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé en juillet 2018 conduit à une concentration de l'ordre de 350  $\text{g.ha}^{-1}$  en octobre de la même année et un apport de 370  $\text{g.ha}^{-1}$  en juin 2019 conduit à une concentration d'une soixantaine de grammes par hectare en octobre de la même année ;
- sur la parcelle Chemin de fer, un apport de 700  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé au printemps 2022 conduit à une concentration de l'ordre de 50  $\text{g.ha}^{-1}$  début 2023 ;
- sur la parcelle Sole 4, un apport réalisé fin avril 2019 (un peu plus de 750  $\text{g.ha}^{-1}$ ) conduit à une concentration d'une quarantaine de grammes par hectare en juillet de la même année. Un constat similaire est fait pour le traitement réalisé au printemps 2022.

A plus long terme (environ trois ans après l'apport), la concentration résiduelle dans le sol n'excède pas la dizaine de gramme par hectare (Haute Bova, Chemin de fer, Bovenistier, Sole 4).

Dans les parcelles Sol-Résidus, un traitement réalisé en 2006 n'est pas observé (à une exception près) dans les échantillons analysés depuis 2018.

## EAU

Dans l'eau, cette molécule est suivie depuis 2018 avec une LOQ de 0.02  $\mu\text{g.L}^{-1}$  puis de 0.05  $\mu\text{g.L}^{-1}$  à partir de mai 2022. Son indice GUS est de 2.36.

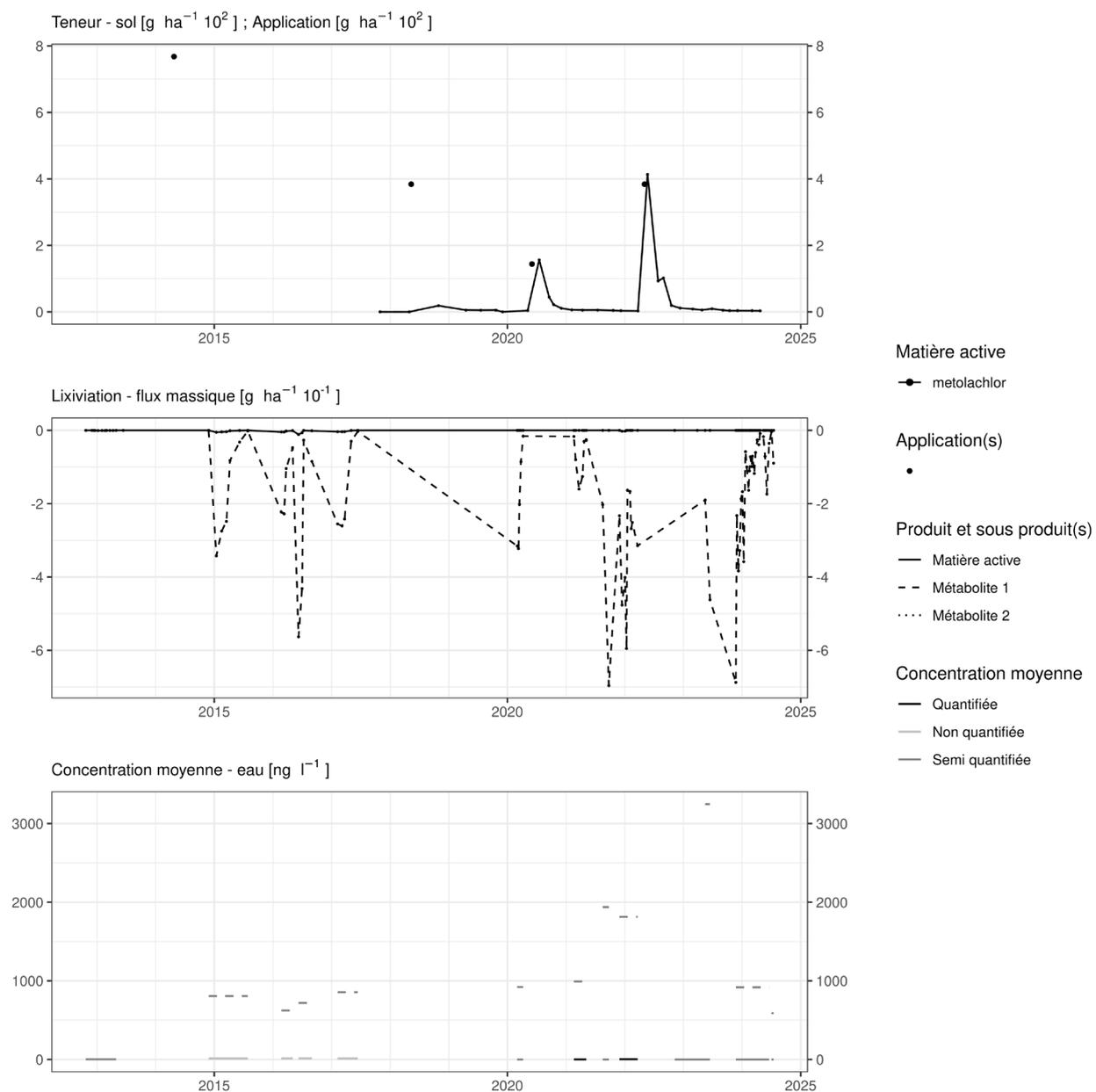
Son métabolite le métolachlore ESA est suivi dans l'eau depuis 2018 avec une LOQ de 0.04  $\mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice de lixiviation est très élevé de 7.22.

Le métabolite ESA de cette matière active est régulièrement observé dans les échantillons d'eau collectés aux exutoires des lysimètres :

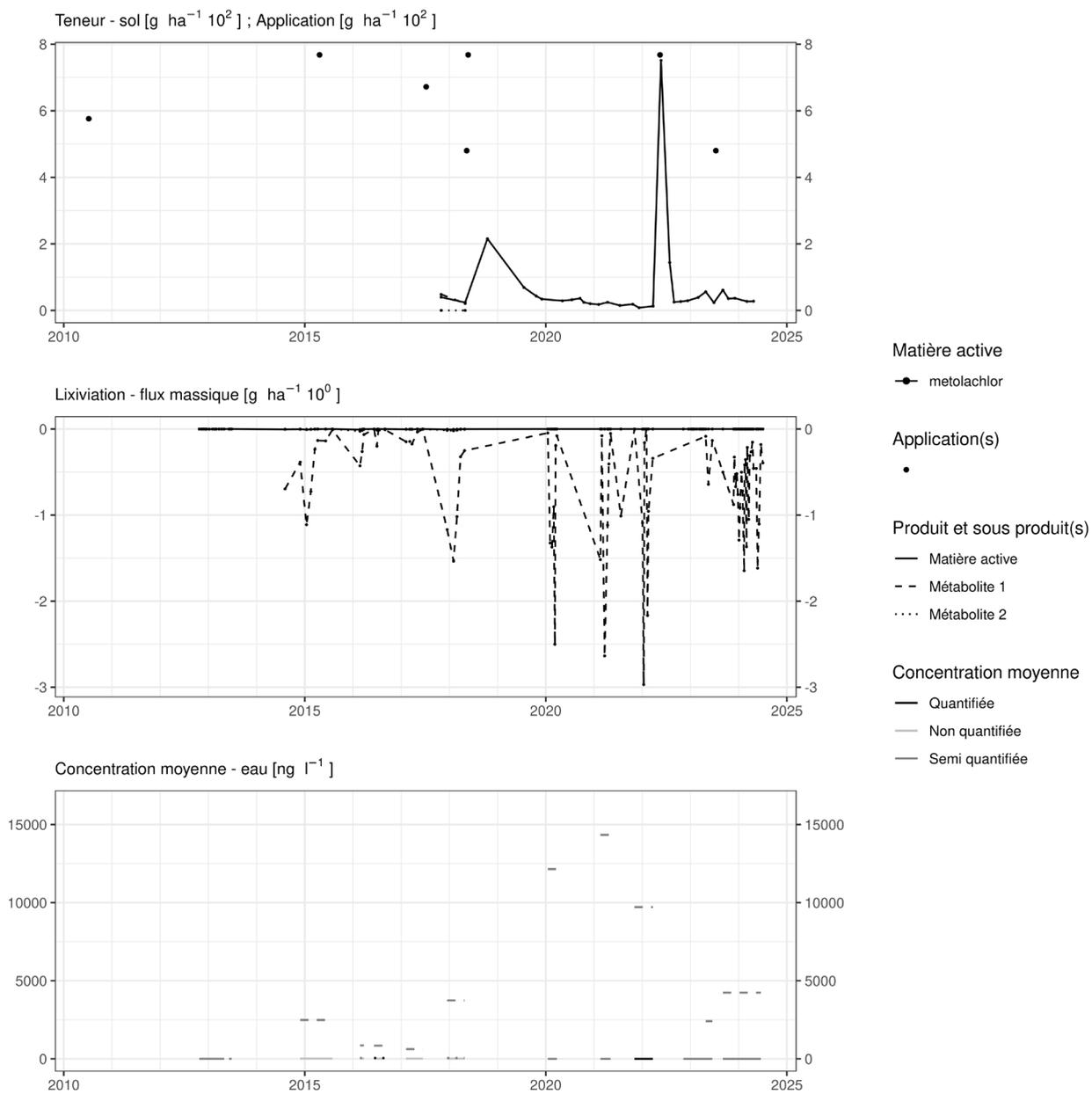
- sur la parcelle Haute Bova, un apport de près de 800  $\text{g.ha}^{-1}$  réalisé au printemps 2014 va générer un flux de 3  $\text{g.ha}^{-1}$  au cours des trois années qui suivent ;
- sur la parcelle Chemin de fer, les trois apports réalisés en 2017 et 2018 (pour un total de près de 2000  $\text{g.ha}^{-1}$ ) vont générer un flux d'environ 25  $\text{g.ha}^{-1}$  entre 2017 et 2022 ;
- sur la parcelle Sole 4, un apport d'un peu plus de 750  $\text{g.ha}^{-1}$  en 2019 va générer un flux d'environ 2  $\text{g.ha}^{-1}$  entre 2019 et 2022.

L'ordre de grandeur des flux du métabolite (de 0.1 à 1% de la quantité de matière active apportée) est nettement plus important que les ordres de grandeur de flux de matière active (de 0.0001% à 0.001% de la quantité de matière active apportée).

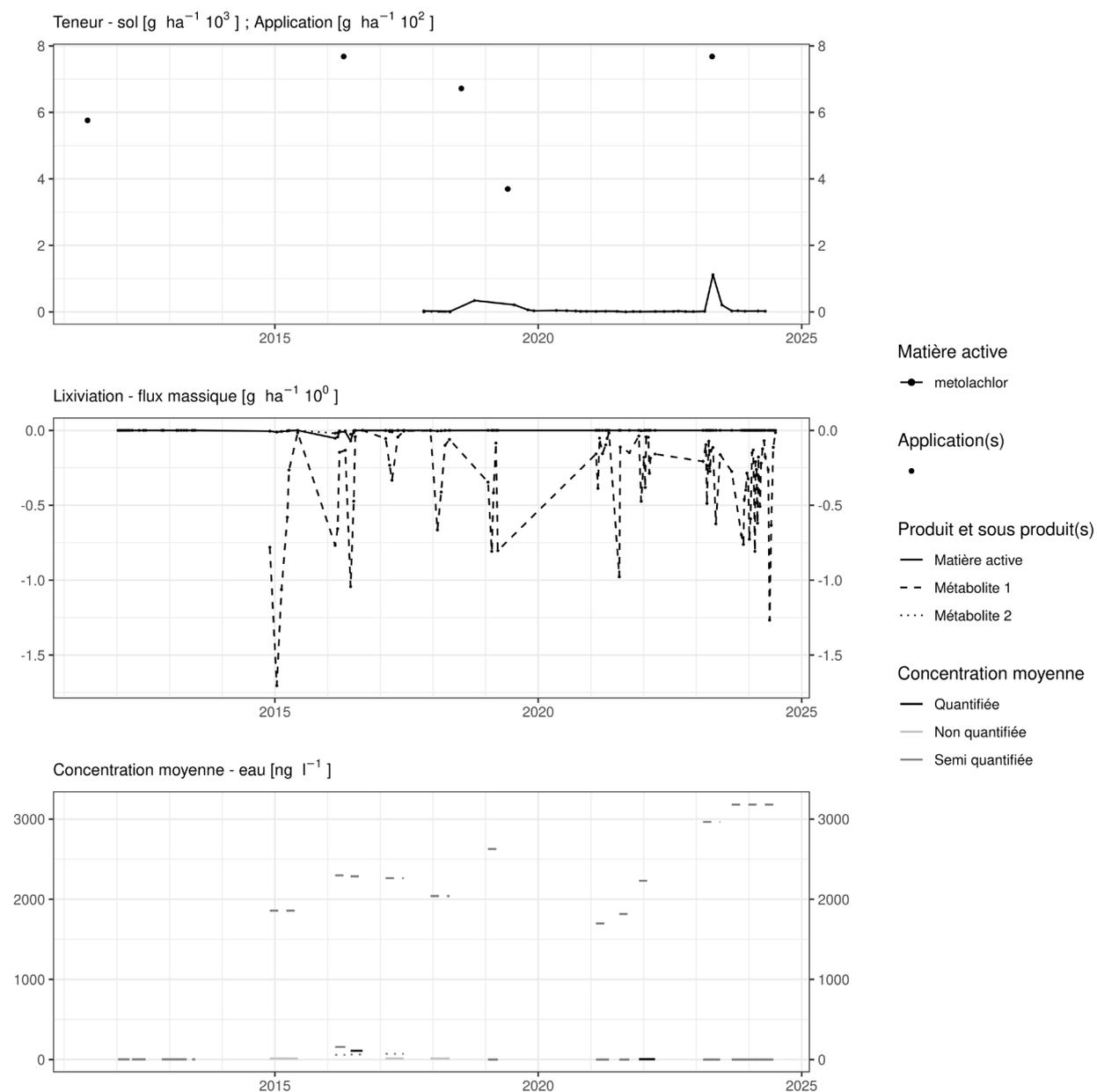
En termes de concentration moyenne, le métabolite est présent entre 300 et 15.000  $\text{ng.L}^{-1}$  lorsque les traitements sont « récents » (Hesbaye) Ces concentrations sont dépendantes des quantités apportées. Pour des traitements plus anciens (une quinzaine d'années sur Sol-Résidus), le métabolite affiche une concentration moyenne de l'ordre de quelques dizaines de  $\text{ng.L}^{-1}$ .



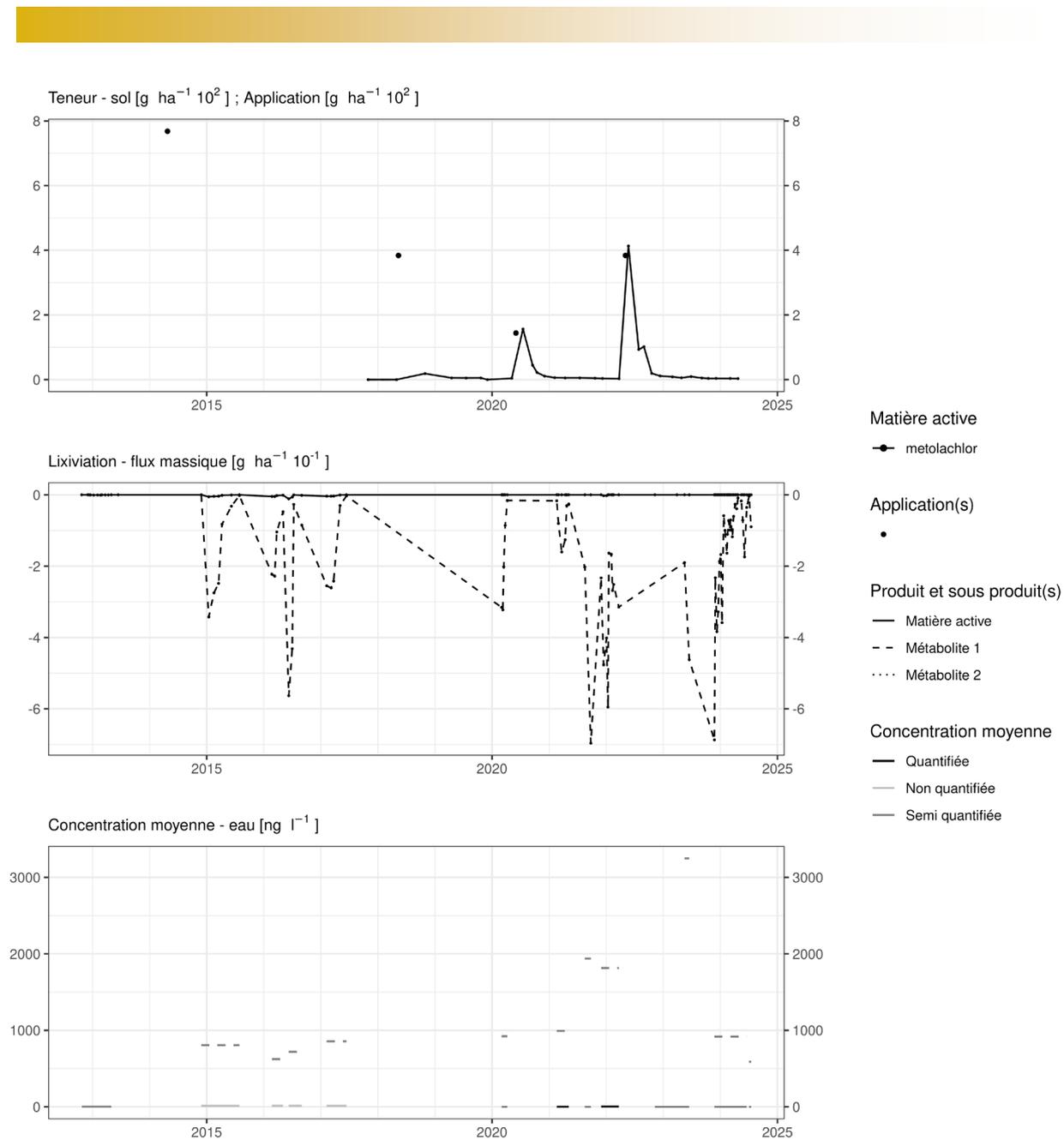
**Figure 222. Applications et suivi de la teneur en metolachlore, en metolachlore ESA (métabolite 1) et en metolachlore OA (métabolite 2) dans la parcelle Haute Bova.**



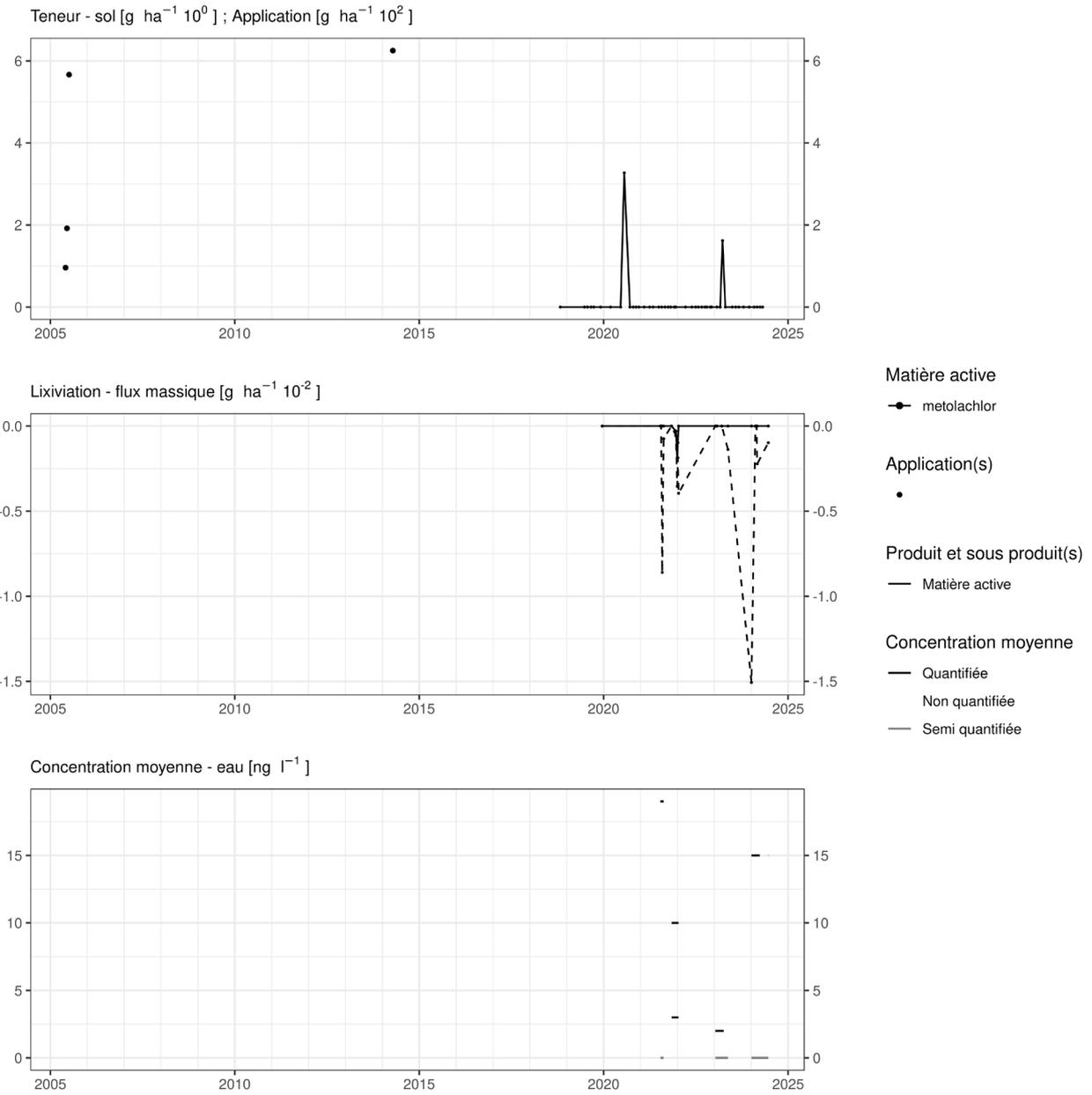
**Figure 223. Applications et suivi de la teneur en metolachlore, en metolachlore ESA (métabolite 1) et en metolachlore OA (métabolite 2) dans la parcelle Chemin de fer.**



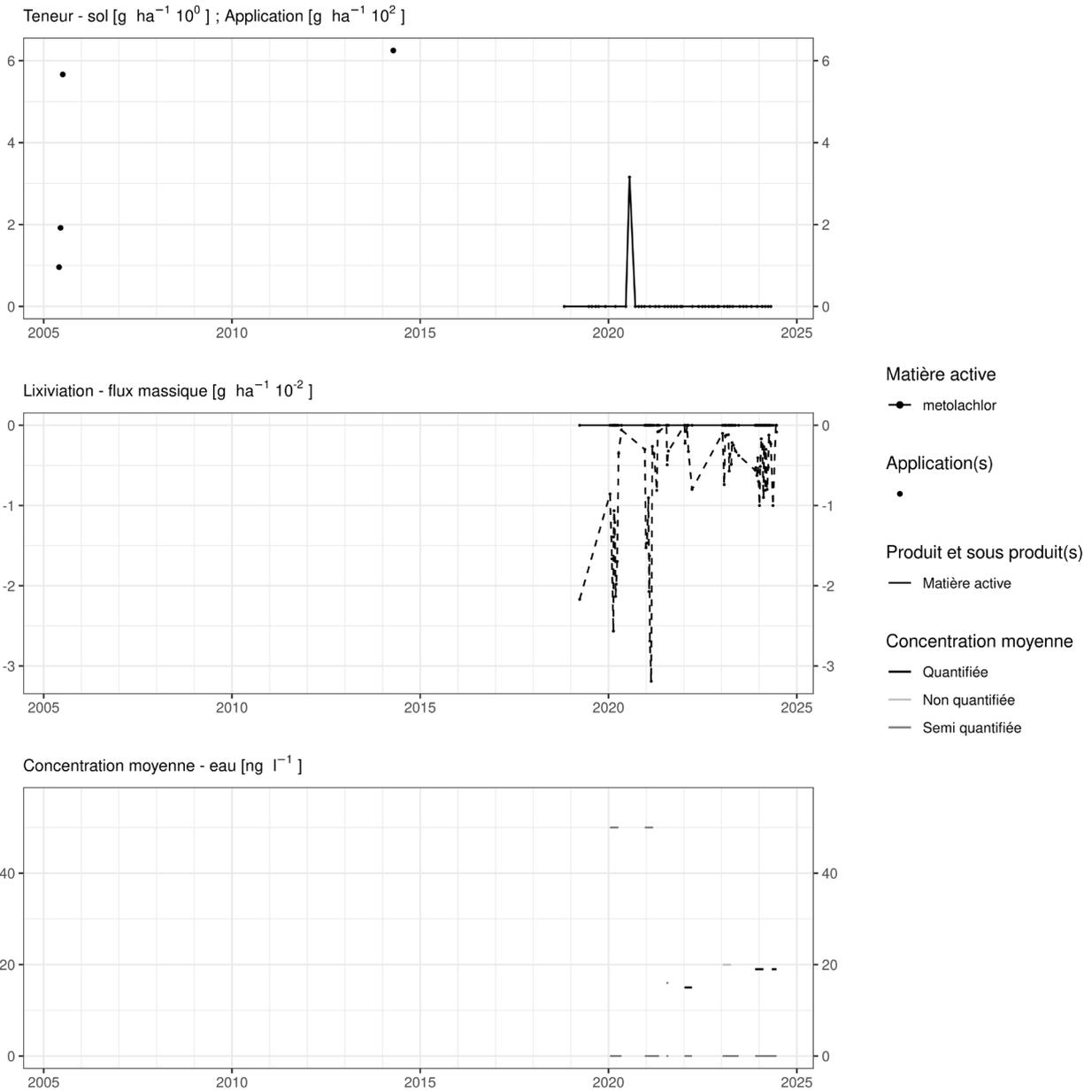
**Figure 224. Applications et suivi de la teneur en metolachlore, en metolachlore ESA (métabolite 1) et en metolachlore OA (métabolite 2) dans la parcelle Bovenistier.**



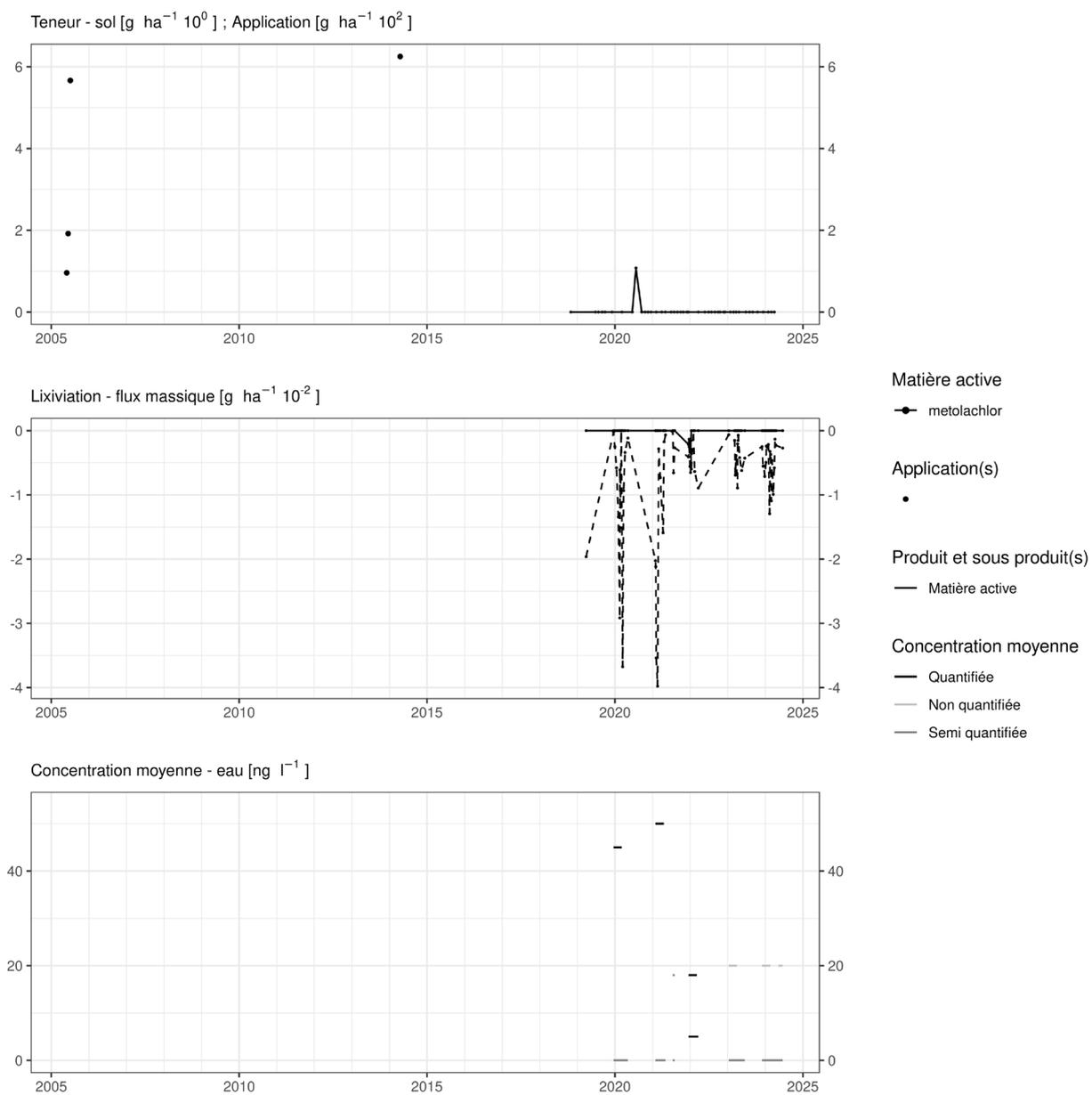
**Figure 225. Applications et suivi de la teneur en metolachlore, en metolachlore ESA (métabolite 1) et en metolachlore OA (métabolite 2) dans la parcelle Sole 4.**



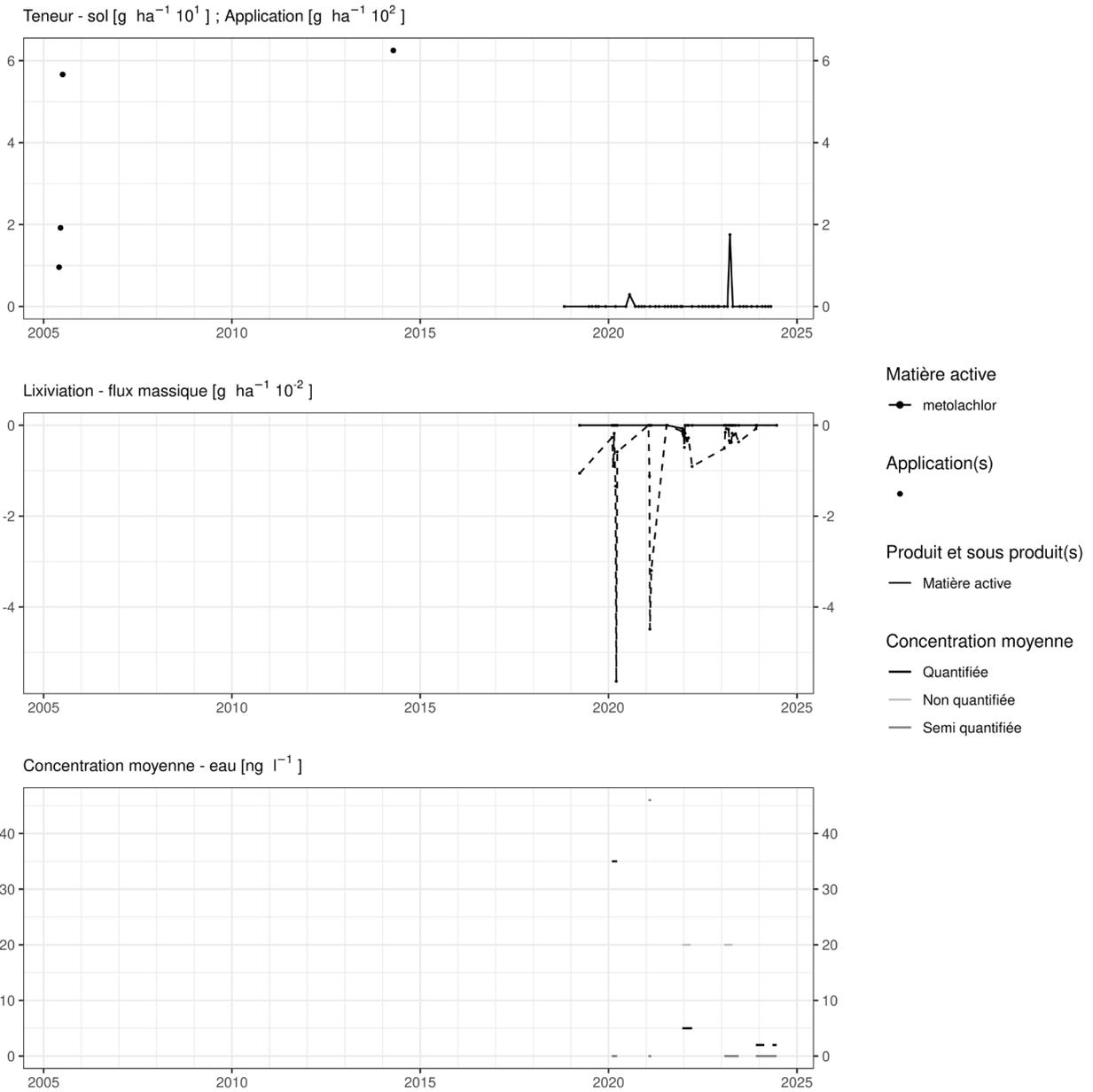
**Figure 226. Applications et suivi de la teneur en metolachlore et en metolachlore ESA (métabolite 1) dans la parcelle SR4.**



**Figure 227. Applications et suivi de la teneur en metolachlore, en metolachlore ESA (métabolite 1) et en metolachlore OA (métabolite 2) dans la parcelle SR8.**



**Figure 228.** Applications et suivi de la teneur en metolachlore, en metolachlore ESA (métabolite 1) et en metolachlore OA (métabolite 2) dans la parcelle SR12.



**Figure 229. Applications et suivi de la teneur en metolachlore, en metolachlore ESA (métabolite 1) et en metolachlore OA (métabolite 2) dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

La figure 230 illustre sa présence dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 1025 ouvrages suivis, un présente une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil ( $100 \text{ ng.L}^{-1}$ ) pour la matière active.

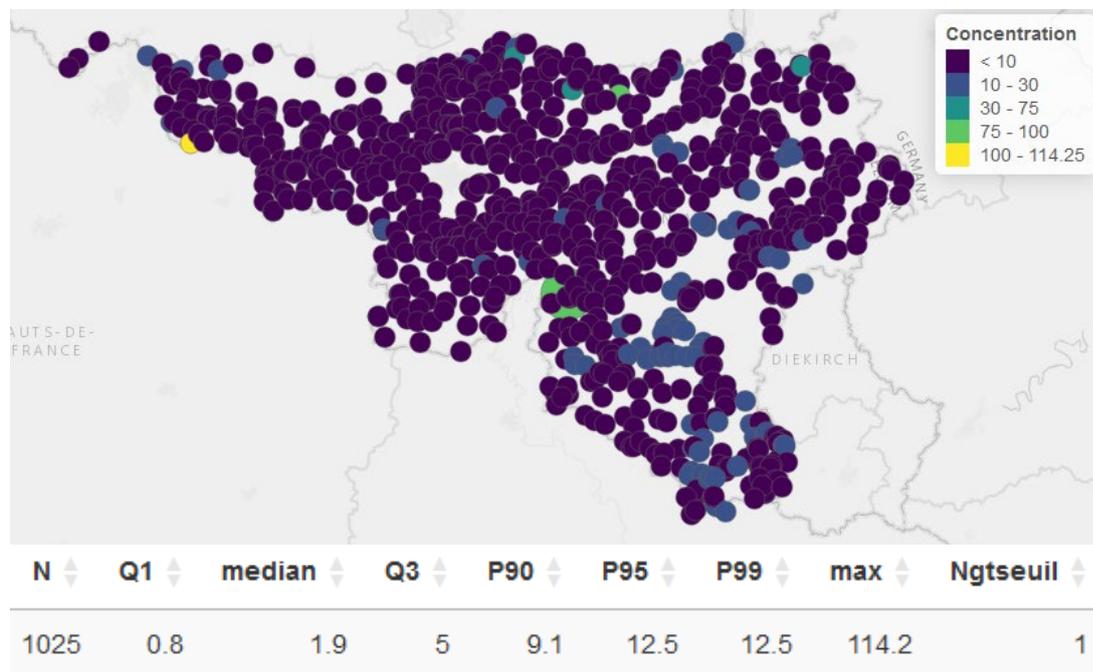


Figure 230. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles ( $\text{ng.L}^{-1}$ ) en metolachlore observées dans les eaux souterraines.

La figure 231 illustre la présence de son métabolite dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 1025 ouvrages suivis, deux présentent une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil ( $1000 \text{ ng.L}^{-1}$ ) pour ce métabolite.

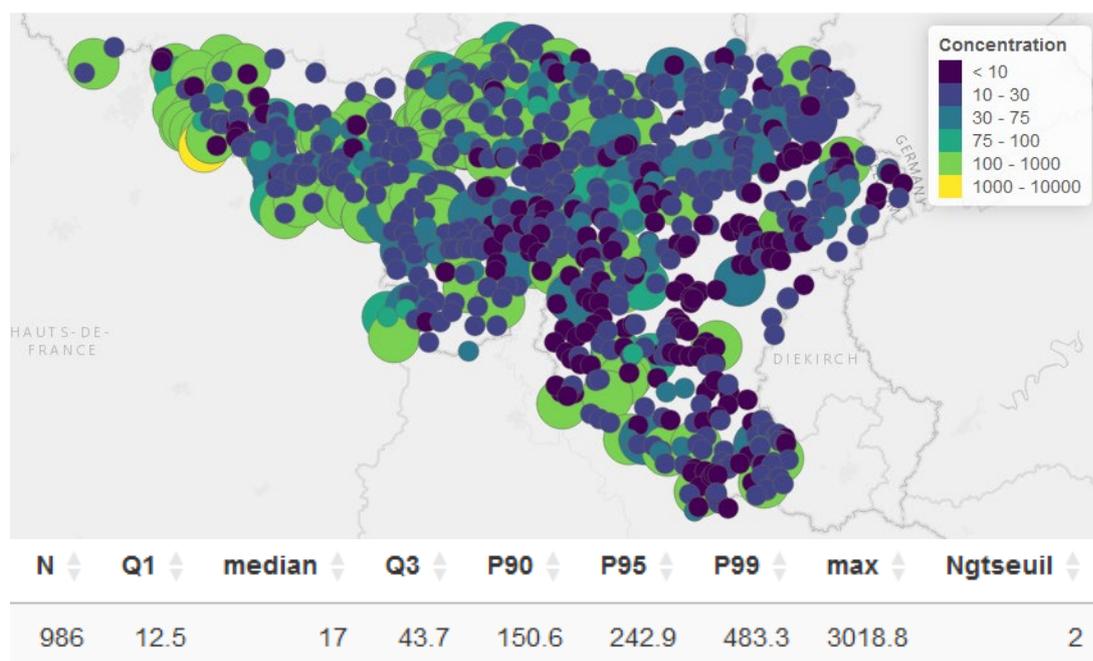


Figure 231. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles ( $\text{ng.L}^{-1}$ ) en metolachlore ESA observées dans les eaux souterraines.

## 14.41 Metribuzine

La metribuzine est un herbicide utilisé essentiellement sur culture de pomme de terre et de carotte dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette matière active n'a pas été suivie dans le sol.

### **EAU**

Cette matière active a été analysée dans l'eau entre 2012 et 2018 dans un premier temps, par la SWDE et dans un second temps, par l'ISSeP.

Sur la parcelle Bovenistier (figure 232), suite à des apports réalisés en 2013 et 2014, des flux de quelques millièmes de  $\text{g}\cdot\text{ha}^{-1}$  ont été régulièrement observés. Ces flux ont engendré une concentration moyenne estimée à quelques  $\text{ng}\cdot\text{L}^{-1}$  au cours de cette période.

Sur la parcelle Chemin de fer (figure 233), suite à des apports réalisés en 2011 et 2014, des flux de quelques millièmes de  $\text{g}\cdot\text{ha}^{-1}$  ont été régulièrement observés. Ces flux ont également engendré une concentration moyenne estimée à quelques  $\text{ng}\cdot\text{L}^{-1}$  au cours de cette période.

Sur la parcelle Haute Bova (figure 234), suite à l'apport réalisé en 2016, des flux de quelques millièmes de  $\text{g}\cdot\text{ha}^{-1}$  ont été régulièrement observés. Ces flux ont également engendré une concentration moyenne estimée à quelques  $\text{ng}\cdot\text{L}^{-1}$  au cours de cette période. Vu les flux observés avant 2016, il est probable qu'un apport de metribuzine ait été effectué avant 2010.

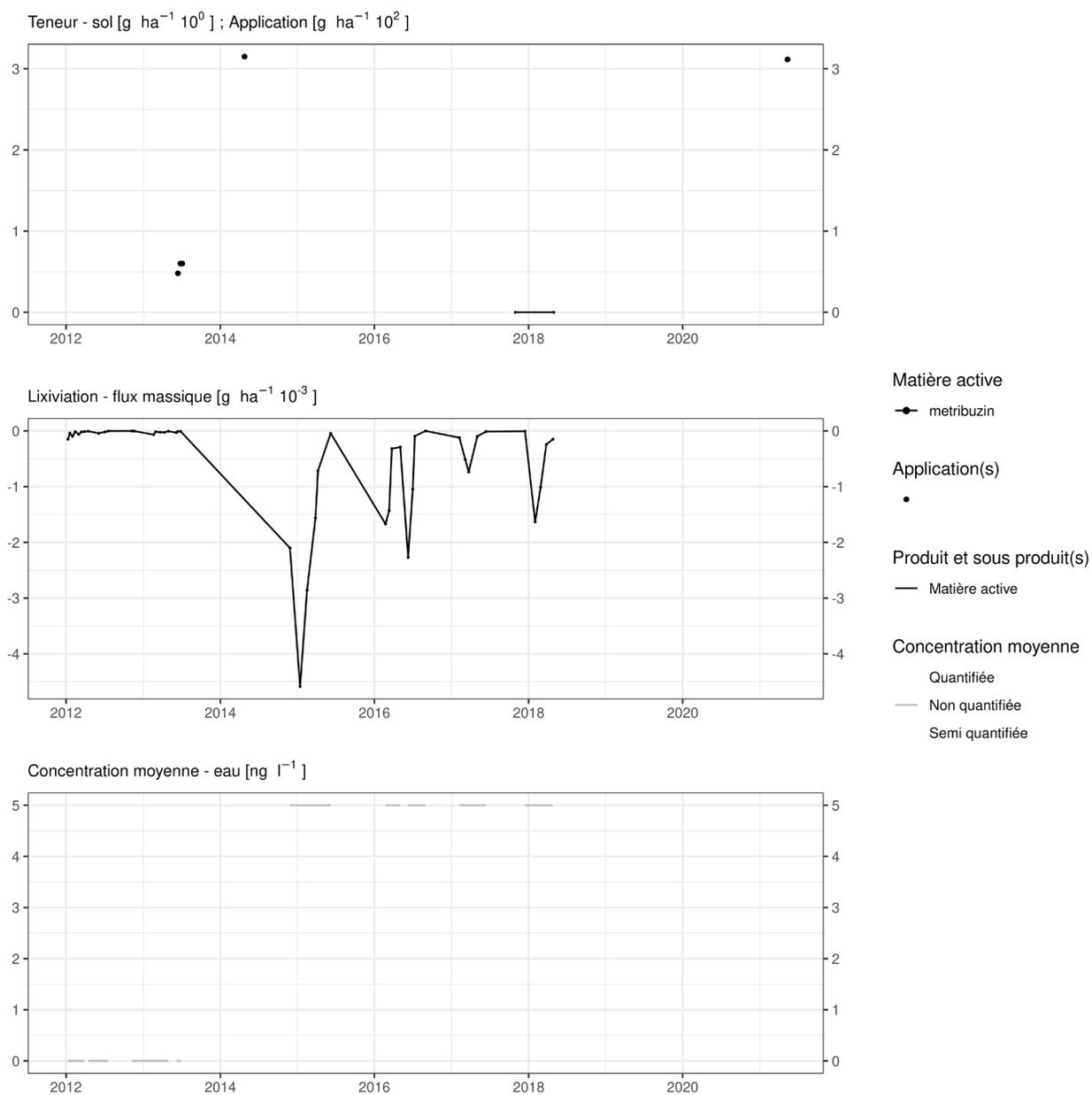
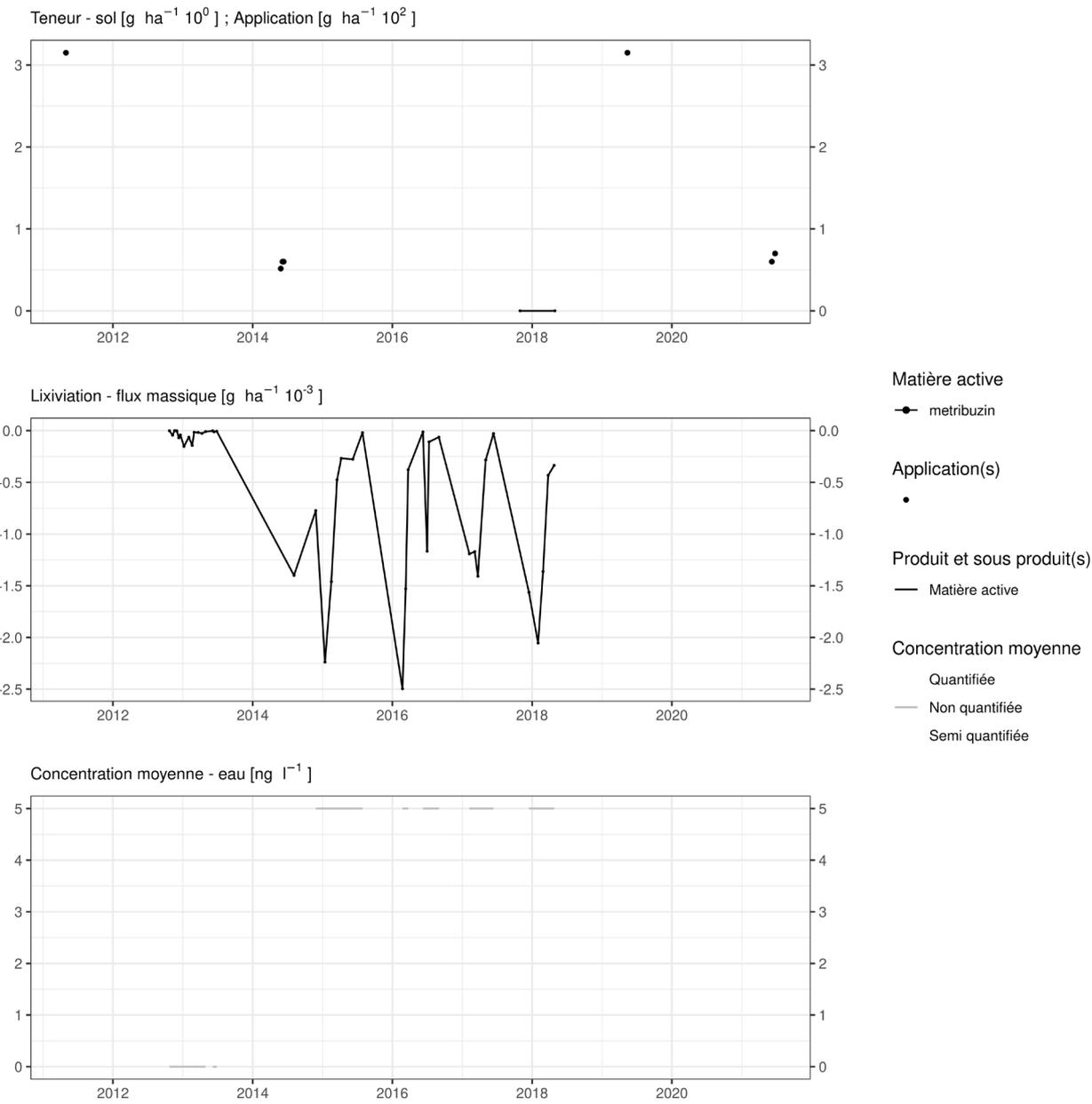
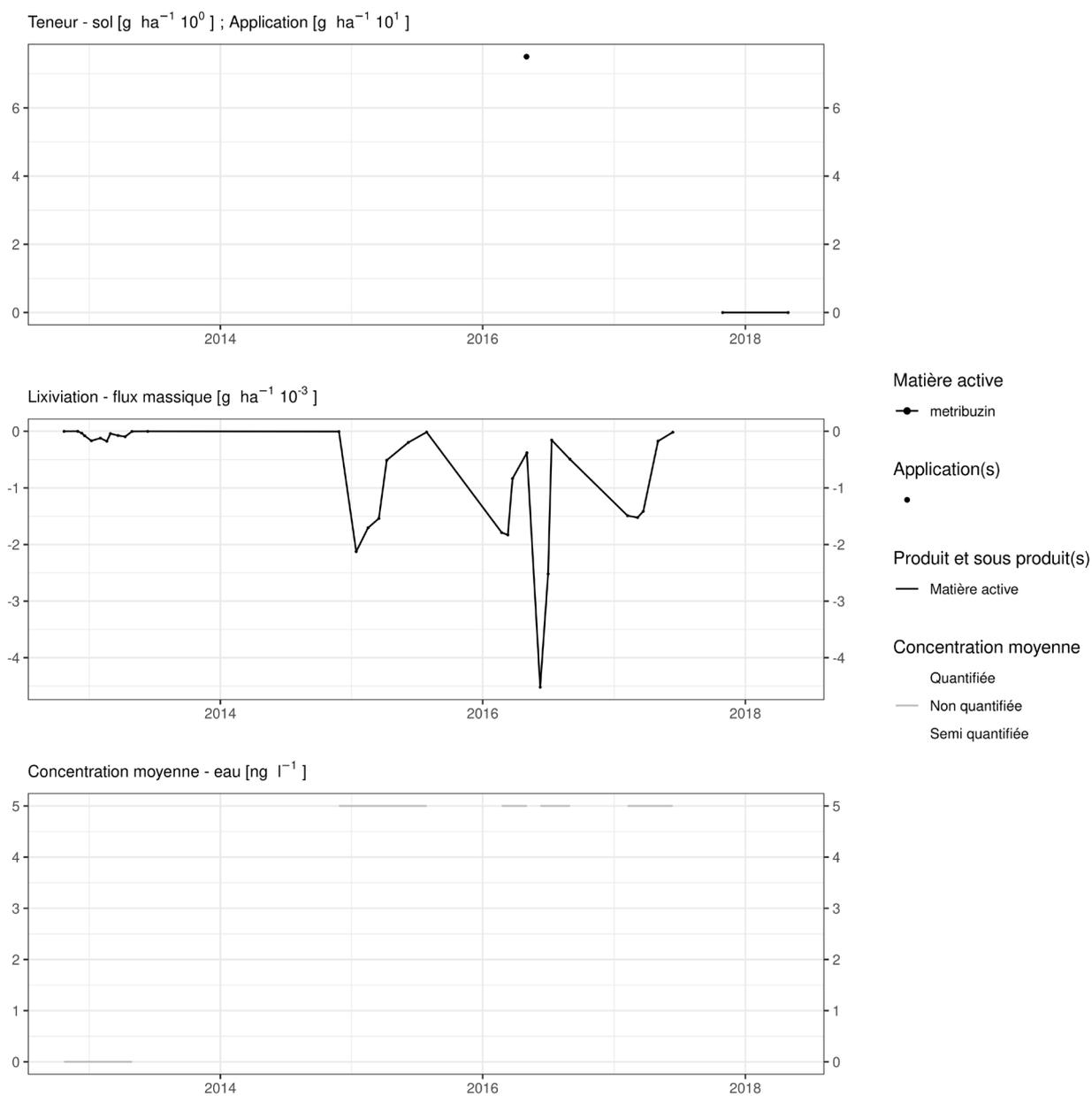


Figure 232. Applications et suivi de la teneur en metribuzine dans la parcelle Bovenistier.



**Figure 233. Applications et suivi de la teneur en metribuzine dans la parcelle Chemin de fer.**



**Figure 234. Applications et suivi de la teneur en metribuzine dans la parcelle Haute Bova.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines.

La figure 235 illustre sa présence dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 1037 ouvrages suivis, aucun ne présente une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil (100 ng.L<sup>-1</sup>) pour la matière active.

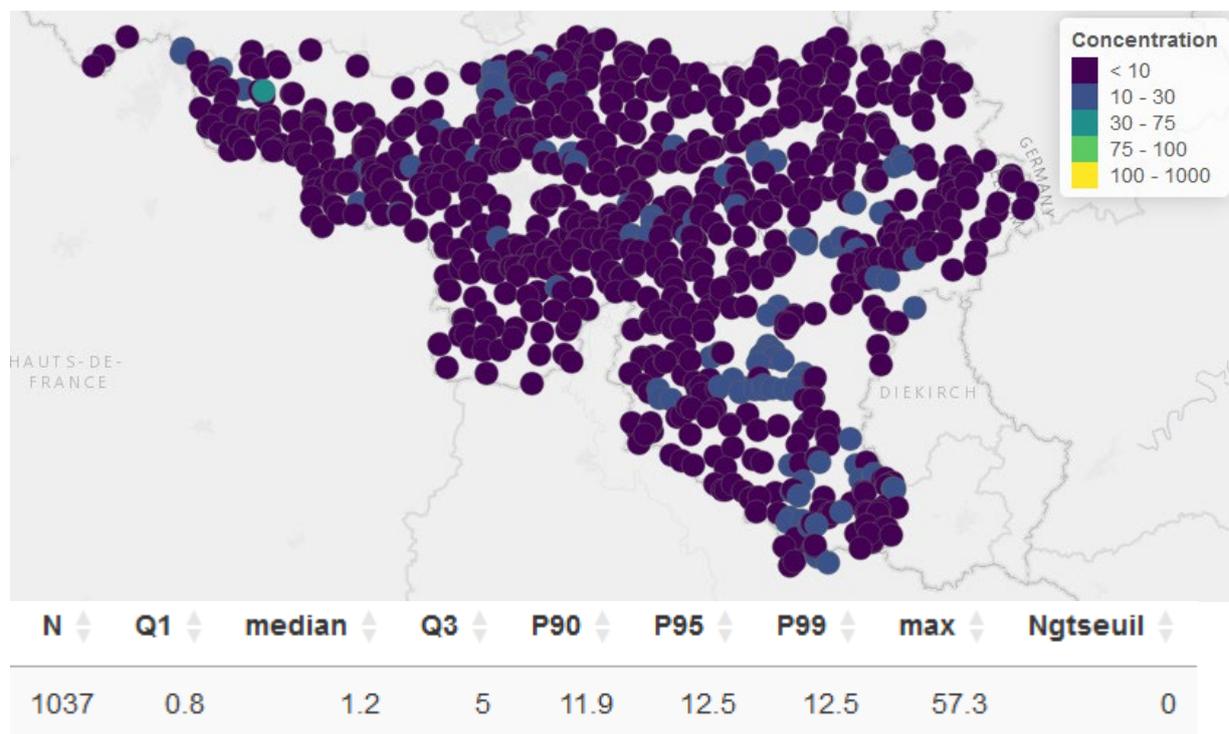


Figure 235. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en metribuzine observées dans les eaux souterraines.

## 14.42 Metsulfuron methyl

Le metsulfuron methyl est un herbicide utilisé sur culture de froment et de lin dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette matière active est suivie depuis 2018 avec une LOQ de  $0.7 \mu\text{g.kg}^{-1}$  puis, à partir de mai 2022, de  $0.25 \mu\text{g.kg}^{-1}$ . Sa DT50 est de 13.3 jours dans le sol, ce qui est faible.

Les observations (figure 236 à figure 242) réalisées dans sept parcelles équipées d'un lysimètre offrent divers enseignements.

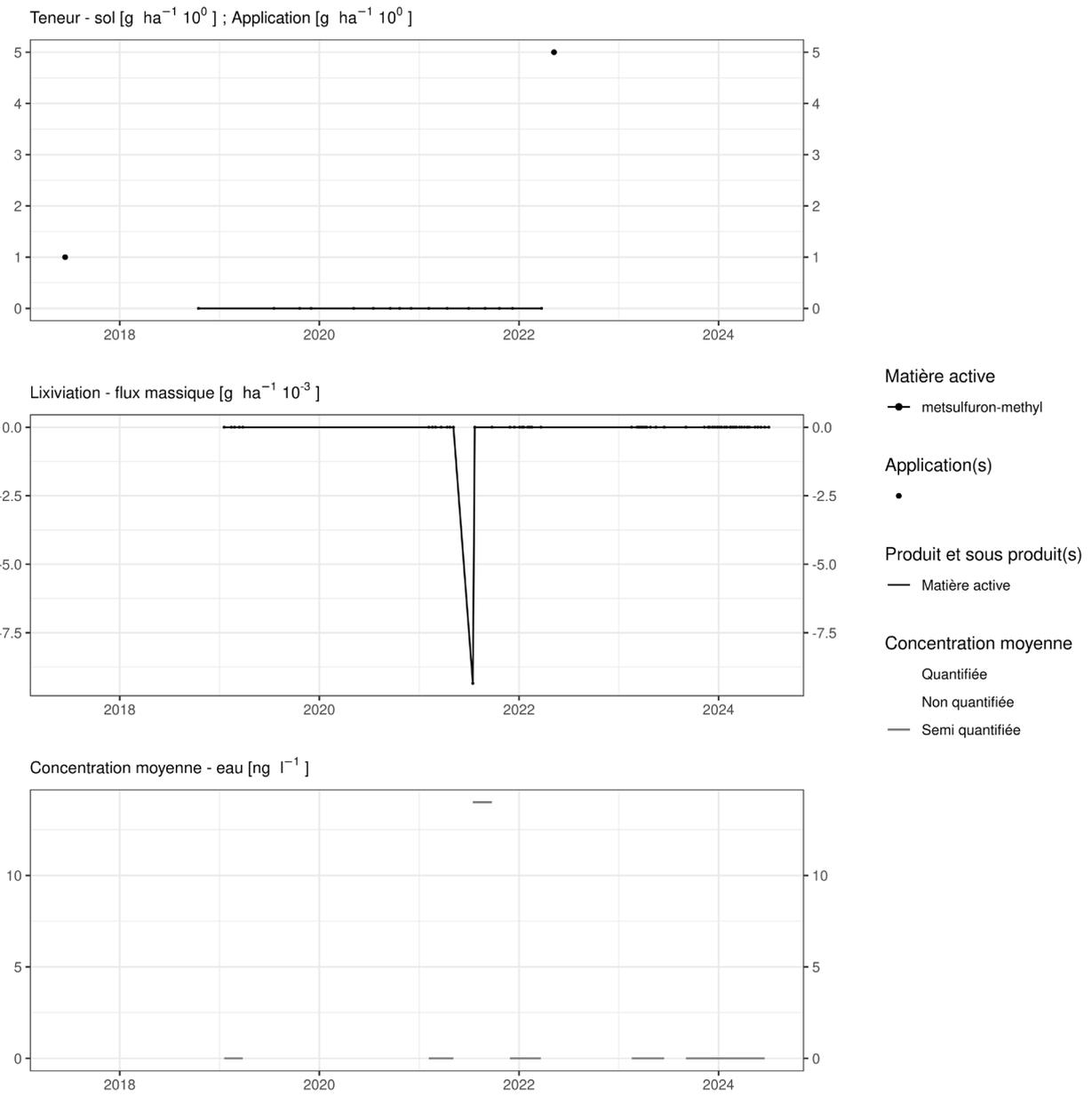
Quelques jours après un traitement, les observations réalisées sur Sol-Résidus révèlent une concentration équivalente à la moitié de l'apport réalisé. Cette concentration diminue très rapidement pour devenir non quantifiable après quelques semaines.

Quelques mois après le traitement, la matière active n'est plus détectée dans le sol.

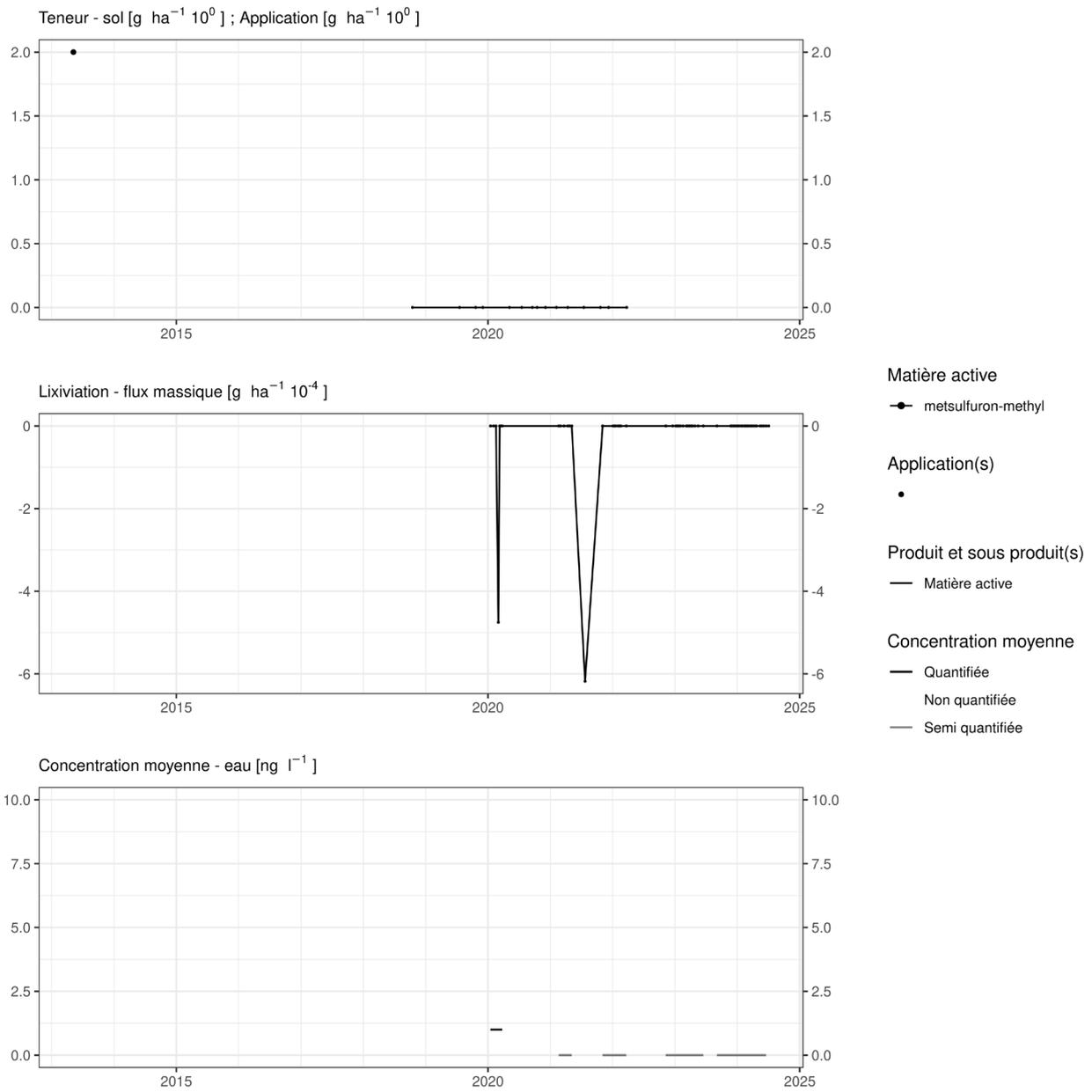
### **EAU**

Dans l'eau, cette matière active est suivie depuis 2018 avec une LOQ de  $0.01 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice GUS est de 3.28.

Cette matière active n'a, à l'exception de quelques échantillons (flux de quelques millièmes de  $\text{g.ha}^{-1}$ ), pas été observée dans l'eau récoltée à l'exutoire de ces lysimètres. La concentration moyenne n'a par conséquent jamais excédé quelques  $\text{ng.L}^{-1}$ .



**Figure 236. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron methyl dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 237. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron methyl dans la parcelle Chemin de fer.**

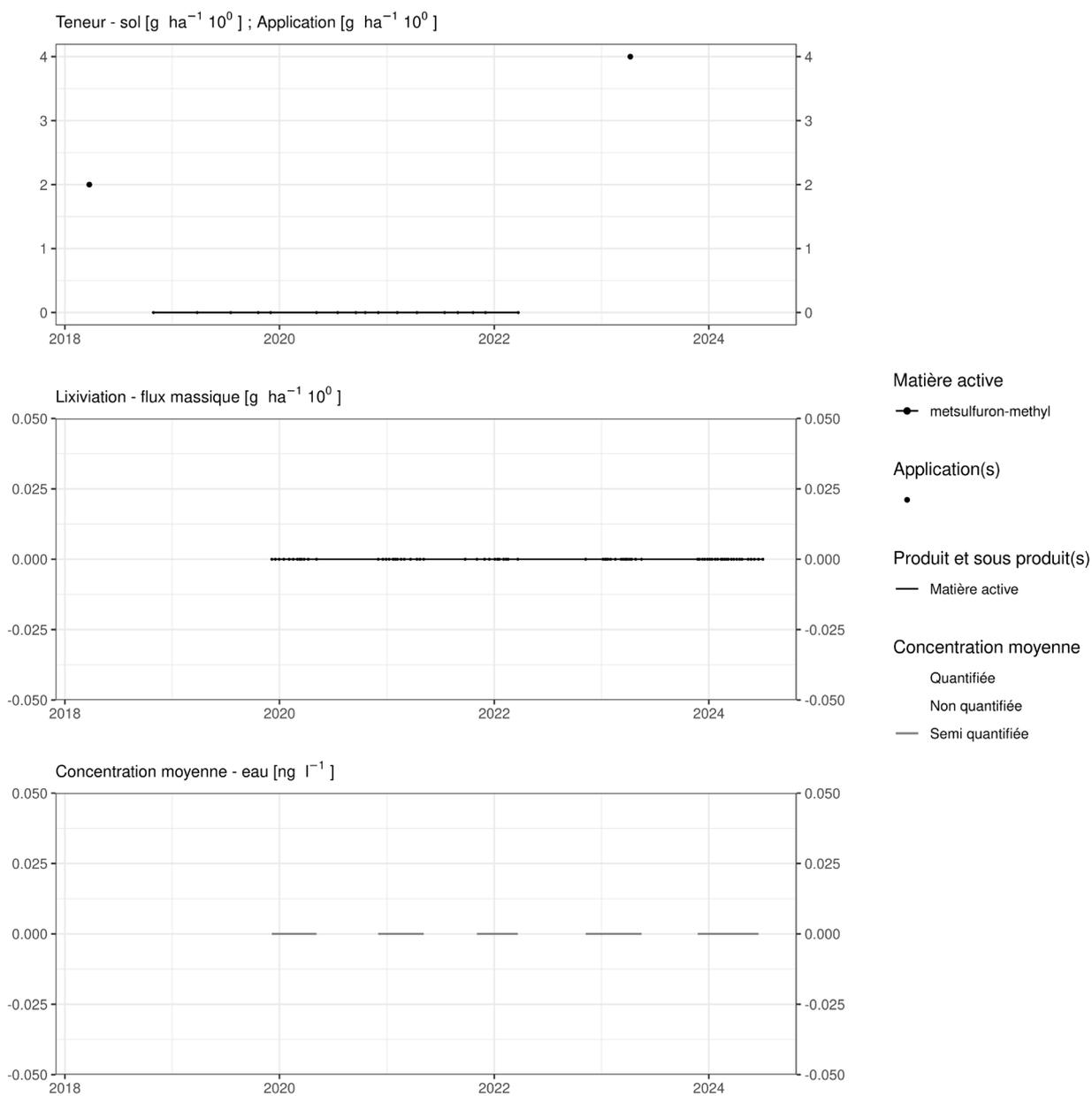
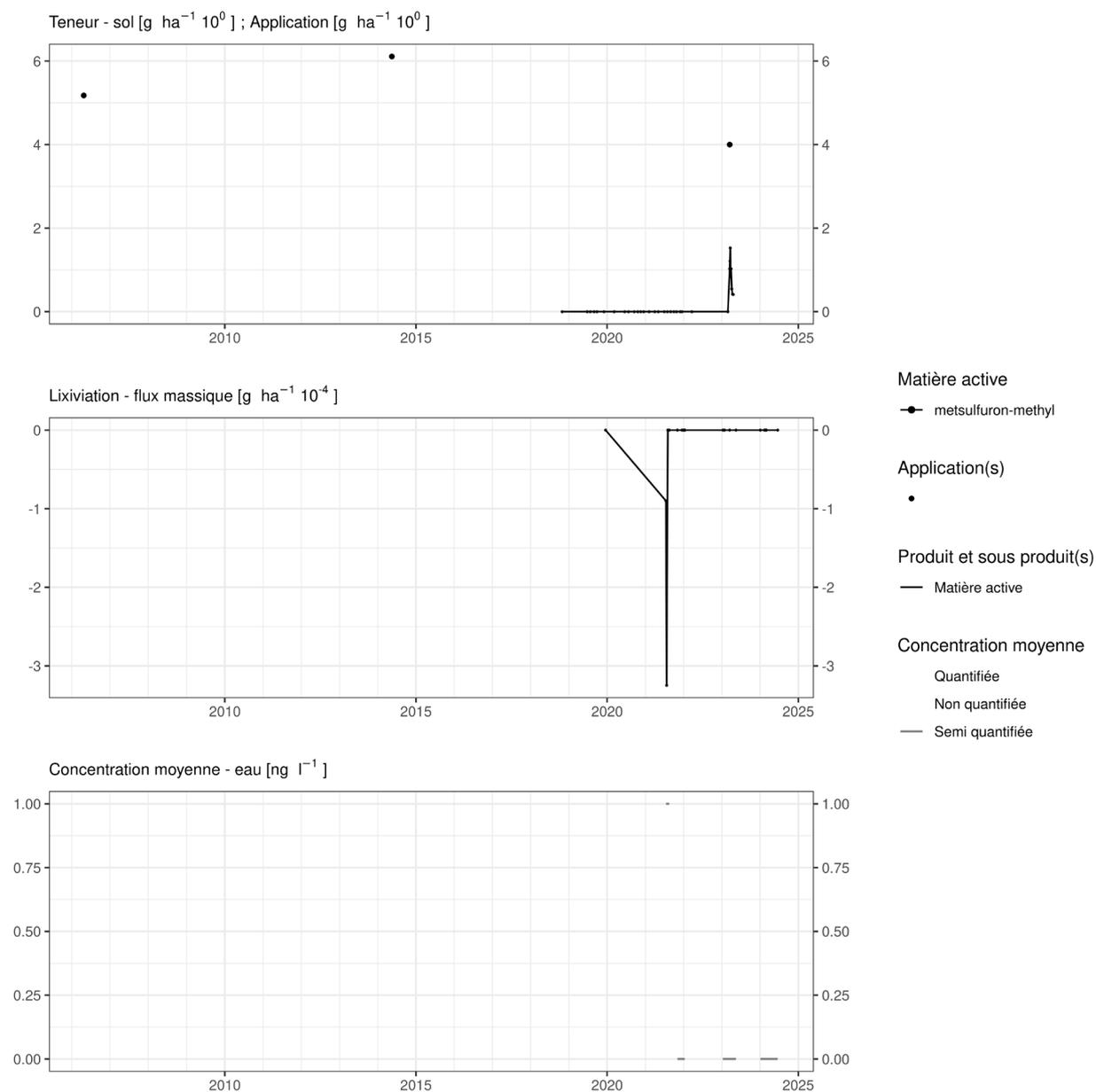
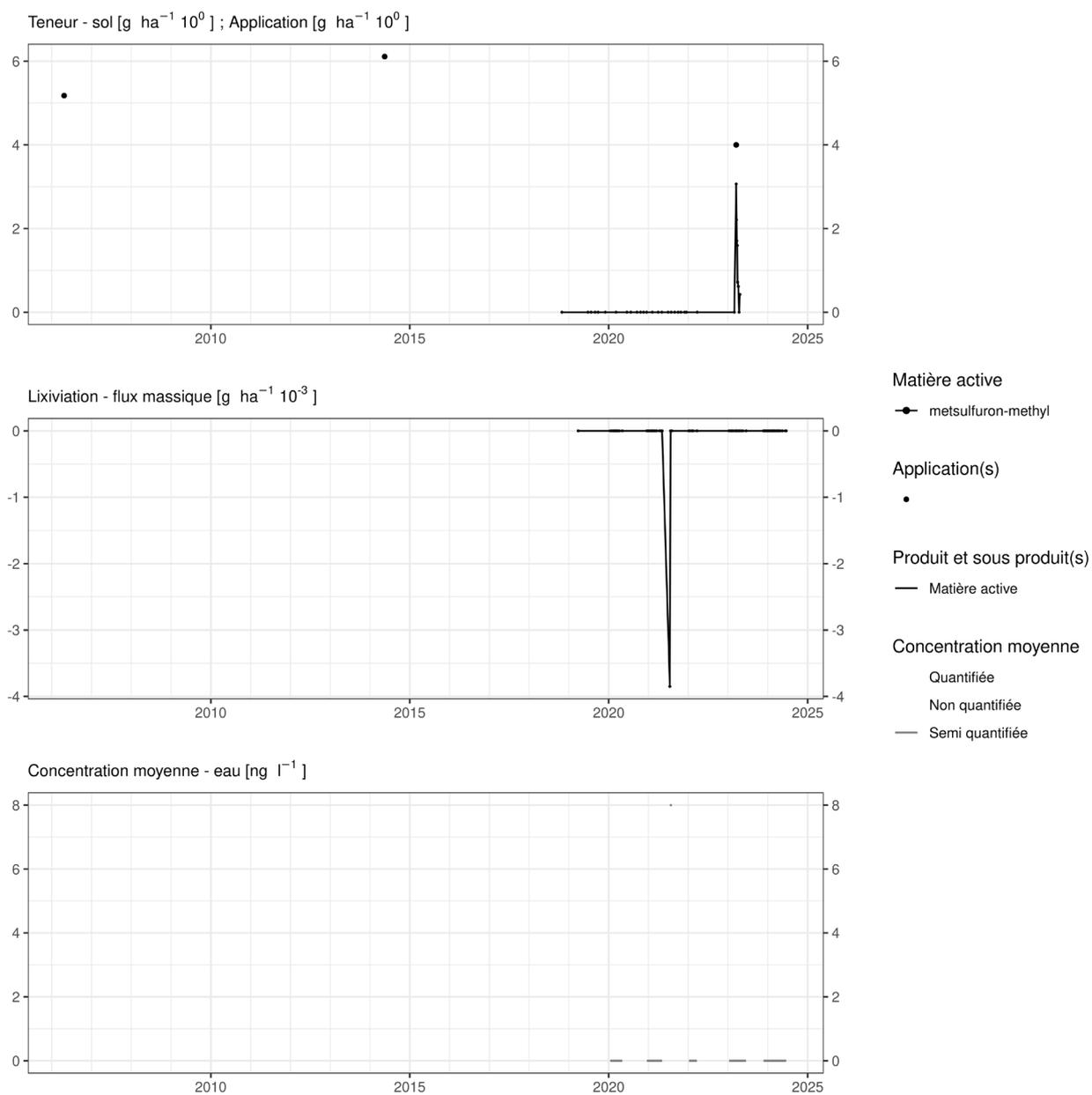


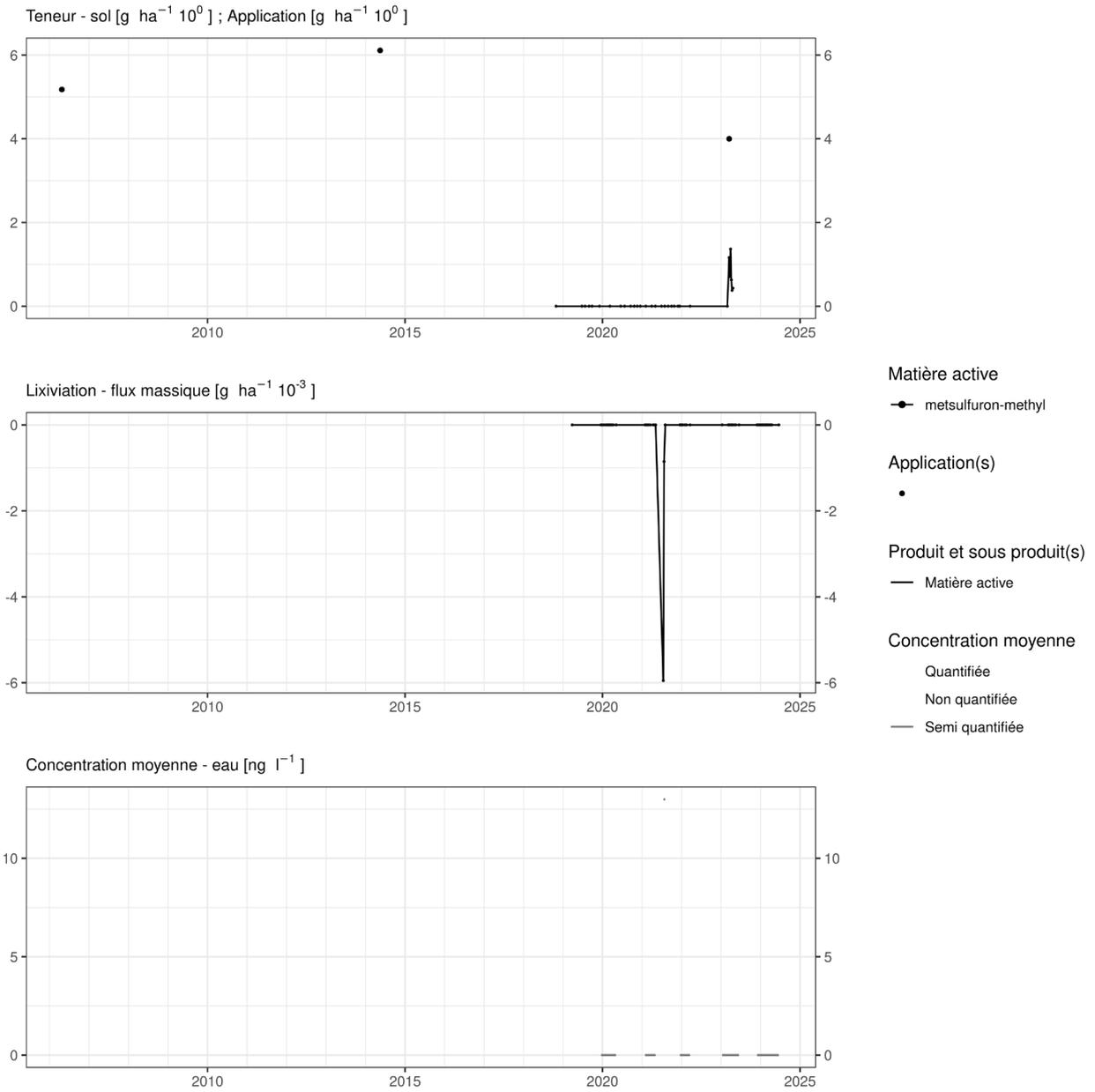
Figure 238. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron methyl dans la parcelle Sole 4.



**Figure 239. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron methyl dans la parcelle SR4.**



**Figure 240. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron methyl dans la parcelle SR8.**



**Figure 241. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron methyl dans la parcelle SR12.**

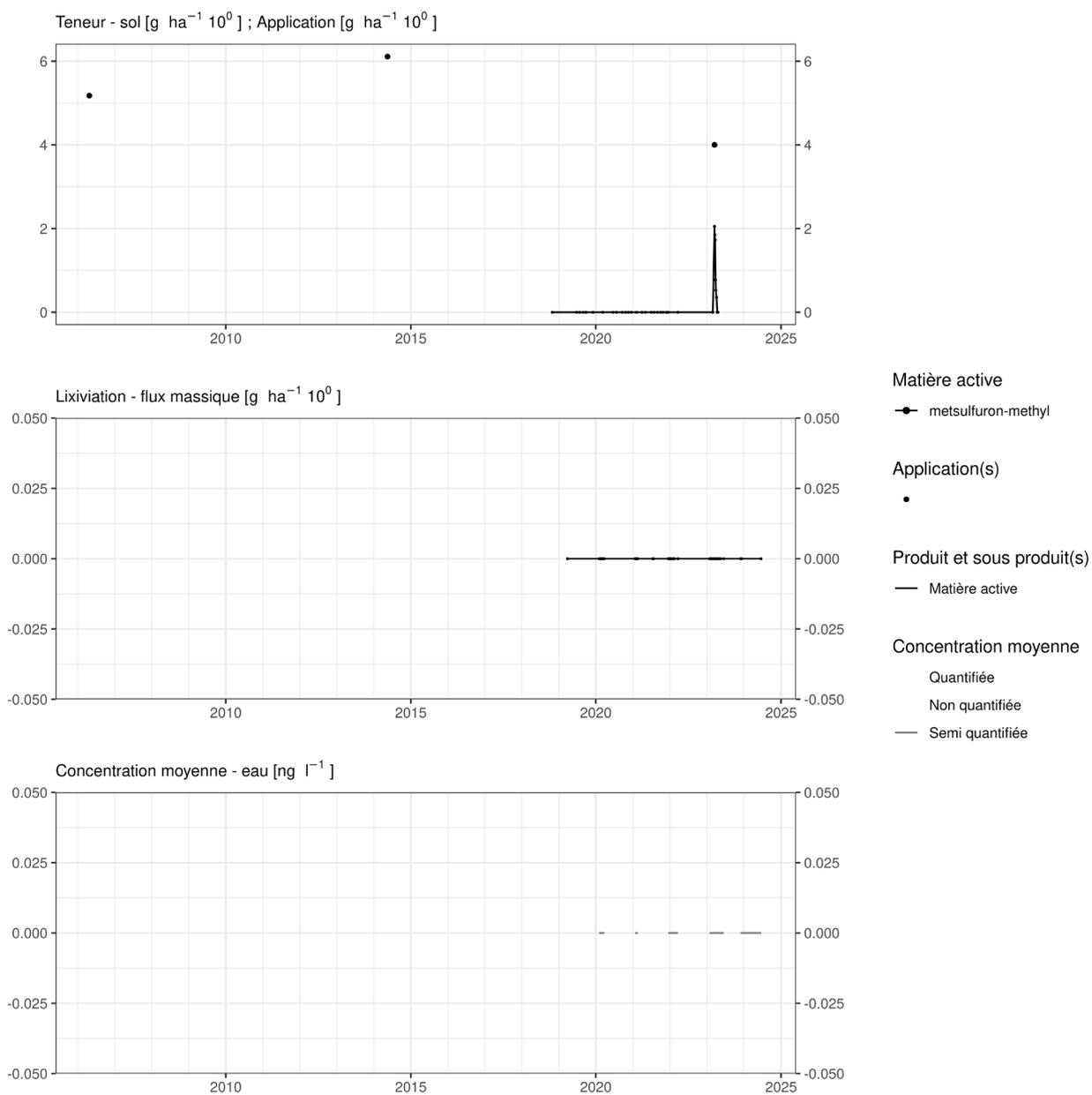


Figure 242. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron methyl dans la parcelle SR16.

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines.

La figure 243 illustre sa présence dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 392 ouvrages suivis, un présente une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil (100 ng.L<sup>-1</sup>) pour la matière active.

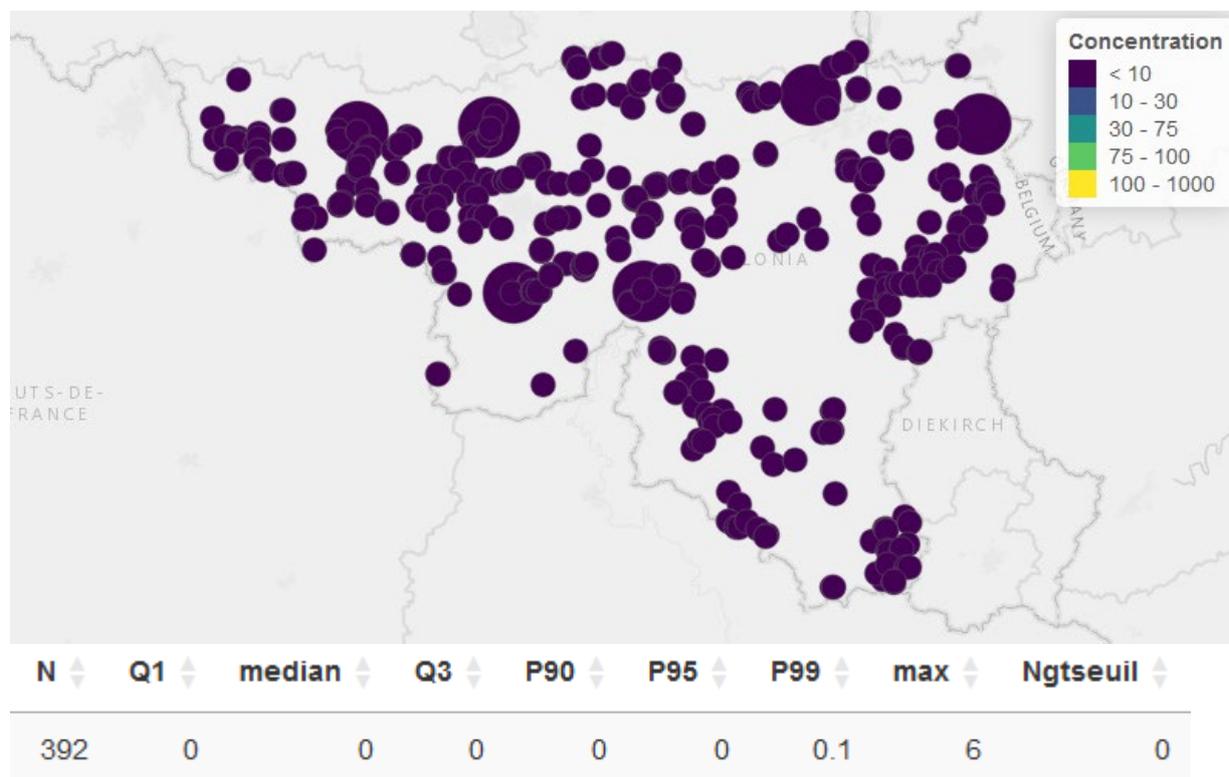


Figure 243. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en metsulfuron methyl observées dans les eaux souterraines.

## 14.43 Nicosulfuron

Le nicosulfuron est un herbicide appliqué sur culture de maïs dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette matière active a été suivie entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de  $0.7 \mu\text{g.kg}^{-1}$ . Sa DT50 est de 19.3 jours.

Cette matière active a été appliquée à deux reprises sur les parcelles Sol-Résidus. Les autres parcelles n'ont jamais fait l'objet de ce traitement.

Les figures 244 à 247 illustrent que :

- quelques jours après l'application, cette matière active est retrouvée dans le sol en quantité équivalente à l'apport ;
- quelques semaines après l'application, elle n'est plus présente qu'à la moitié de la teneur initiale ;
- quelques mois après l'application, elle n'est quasiment plus décelée dans le sol ;
- à long terme (près de deux ans après l'application), elle n'est plus décelée dans le sol.

### **EAU**

Cette matière active a été suivie dans l'eau entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de  $0.01 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice GUS est de 3.44.

Cette matière active a été détectée dans l'eau sans pouvoir être quantifiée ; de sorte que sa concentration moyenne ne doit pas excéder quelques  $\text{ng.L}^{-1}$ .

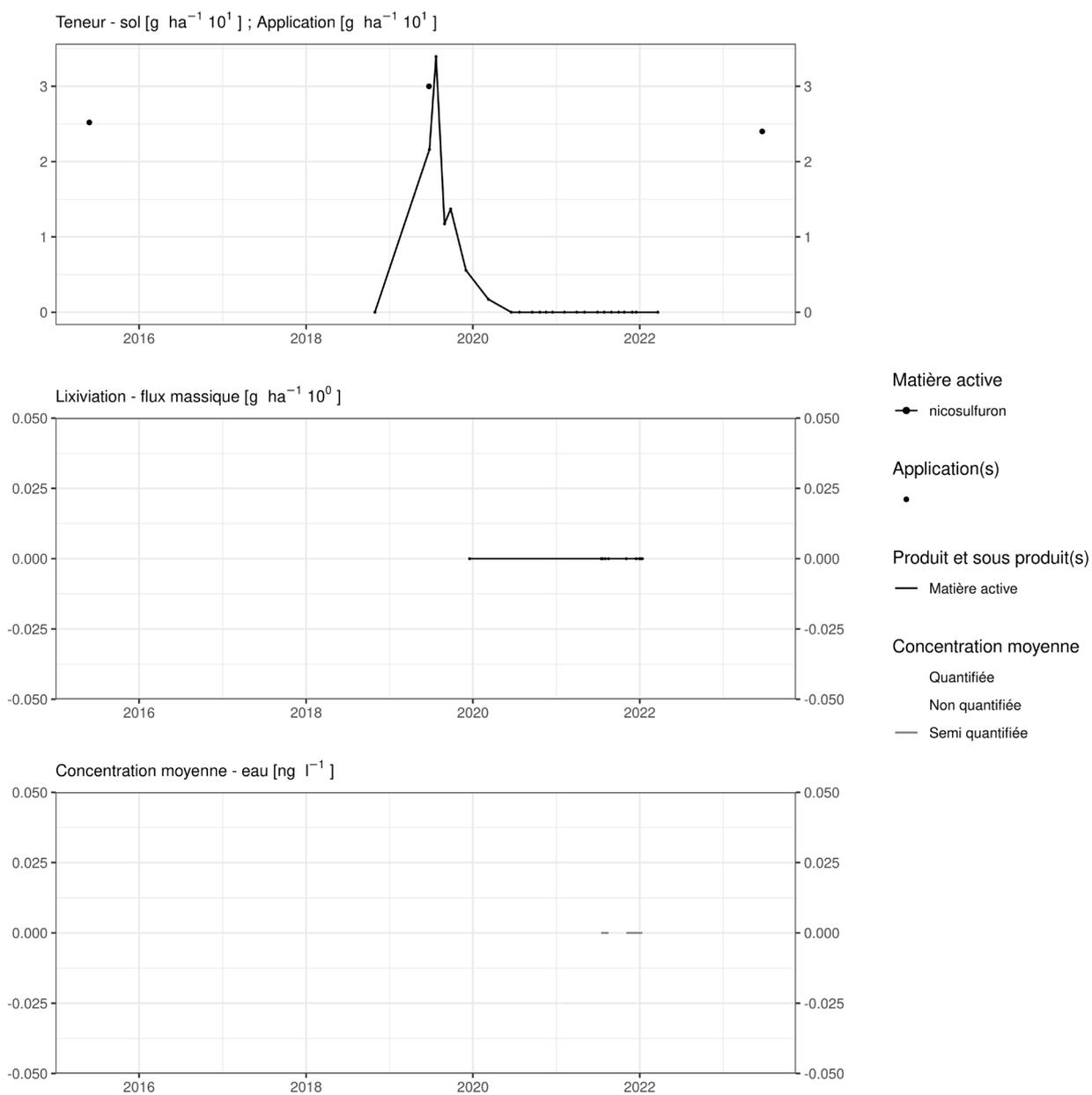
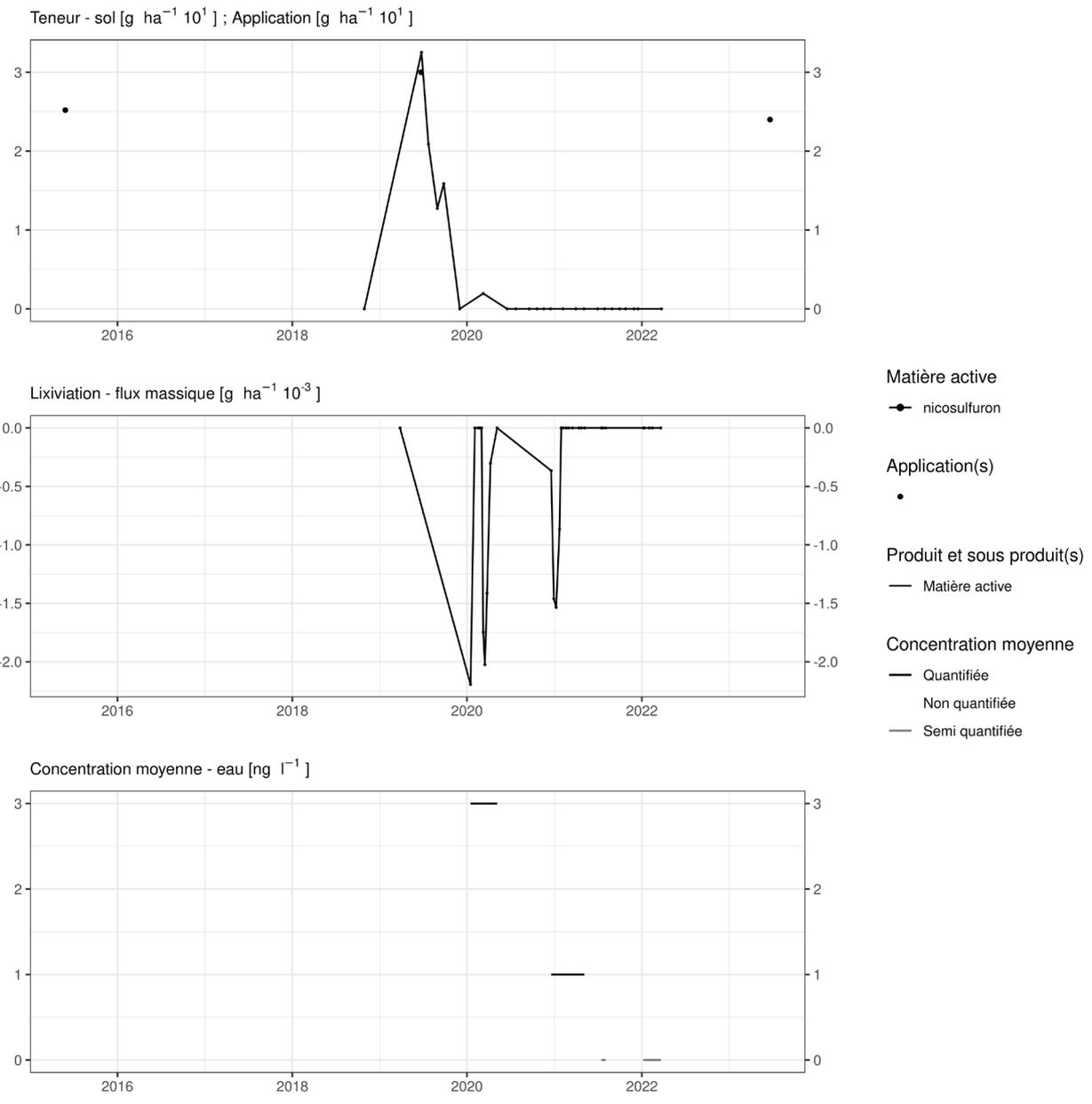
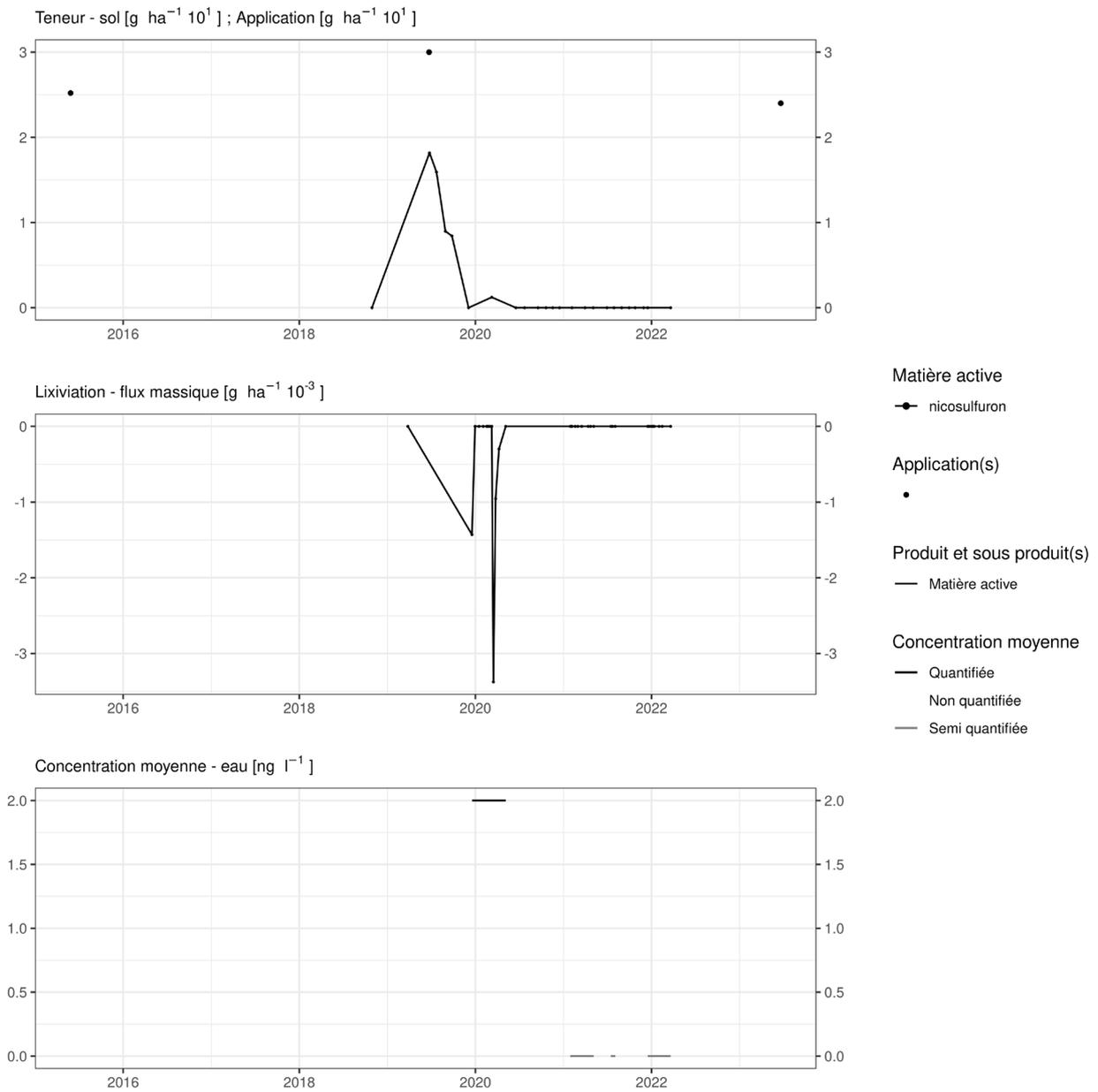


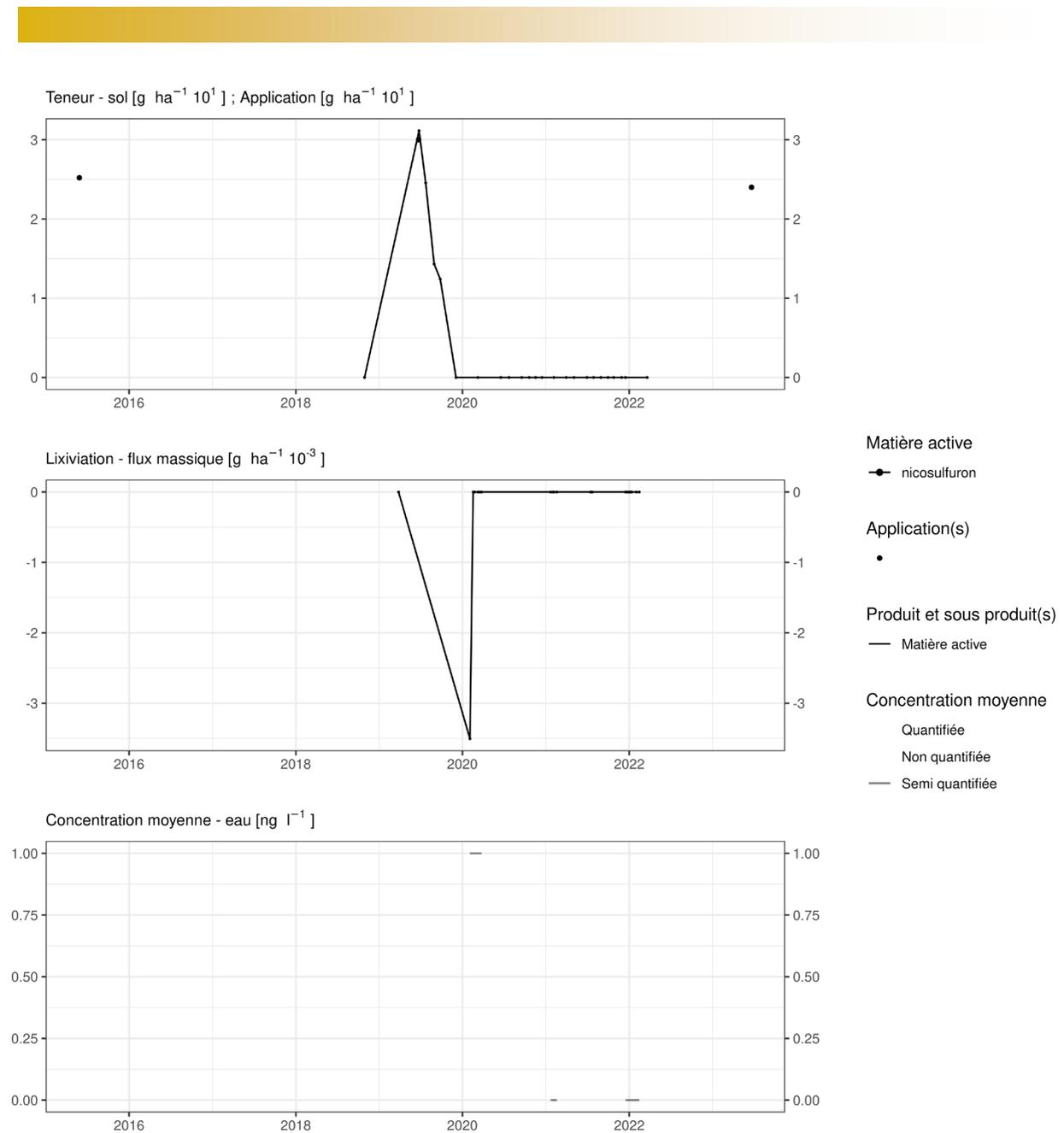
Figure 244. Applications et suivi de la teneur en nicosulfuron dans la parcelle SR4.



**Figure 245. Applications et suivi de la teneur en nicosulfuron dans la parcelle SR8.**



**Figure 246. Applications et suivi de la teneur en nicosulfuron dans la parcelle SR12.**



**Figure 247. Applications et suivi de la teneur en nicosulfuron dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.44 Pendimethaline

La pendimethaline est un herbicide utilisé en culture de légume sur les parcelles équipées d'un lysimètre en Hesbaye.

### **SOL**

Cette matière active n'a pas été suivie dans le sol.

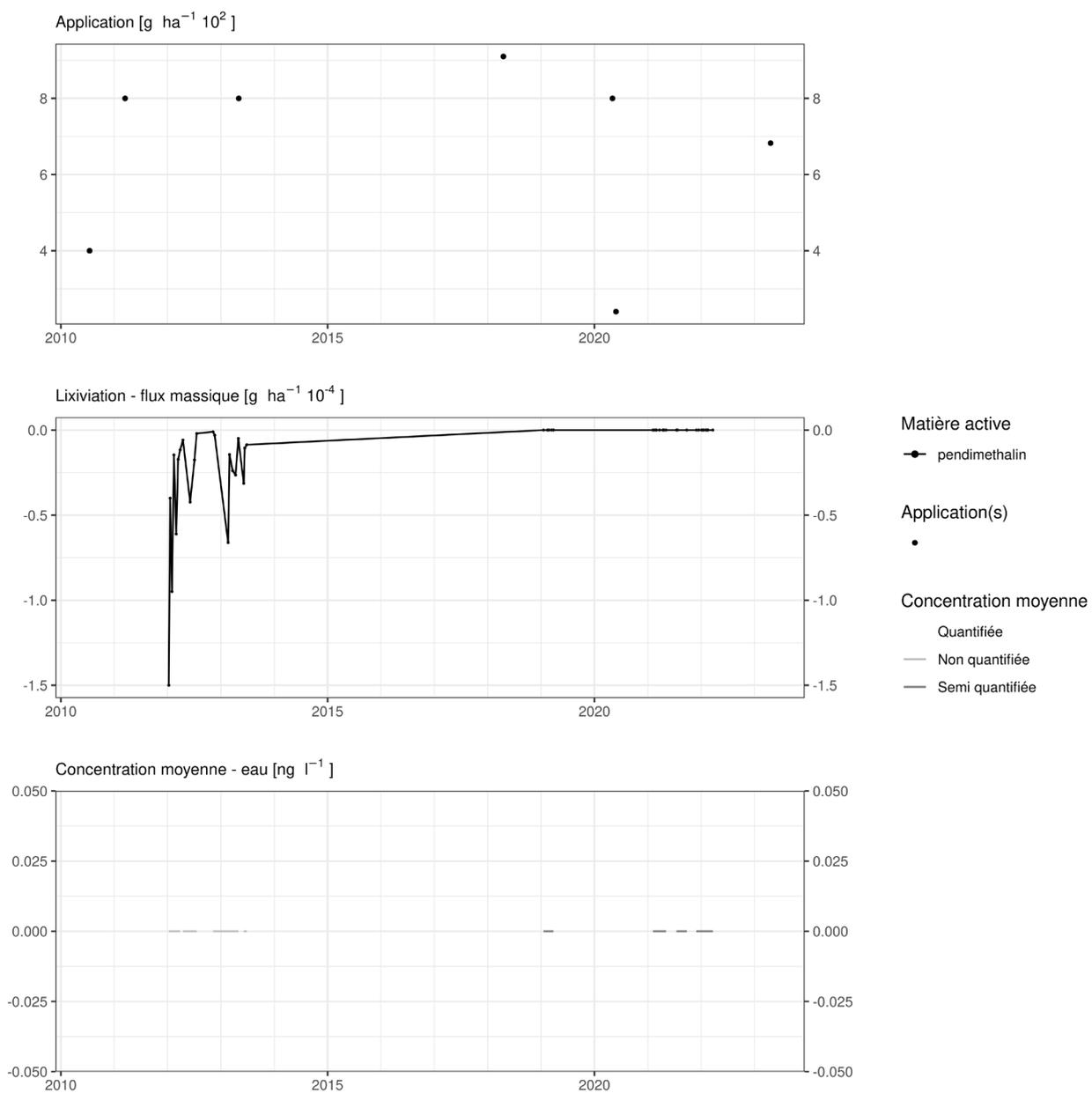
### **EAU**

Cette matière active a été suivie dans l'eau entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de 0.3  $\mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice GUS est de 0.28.

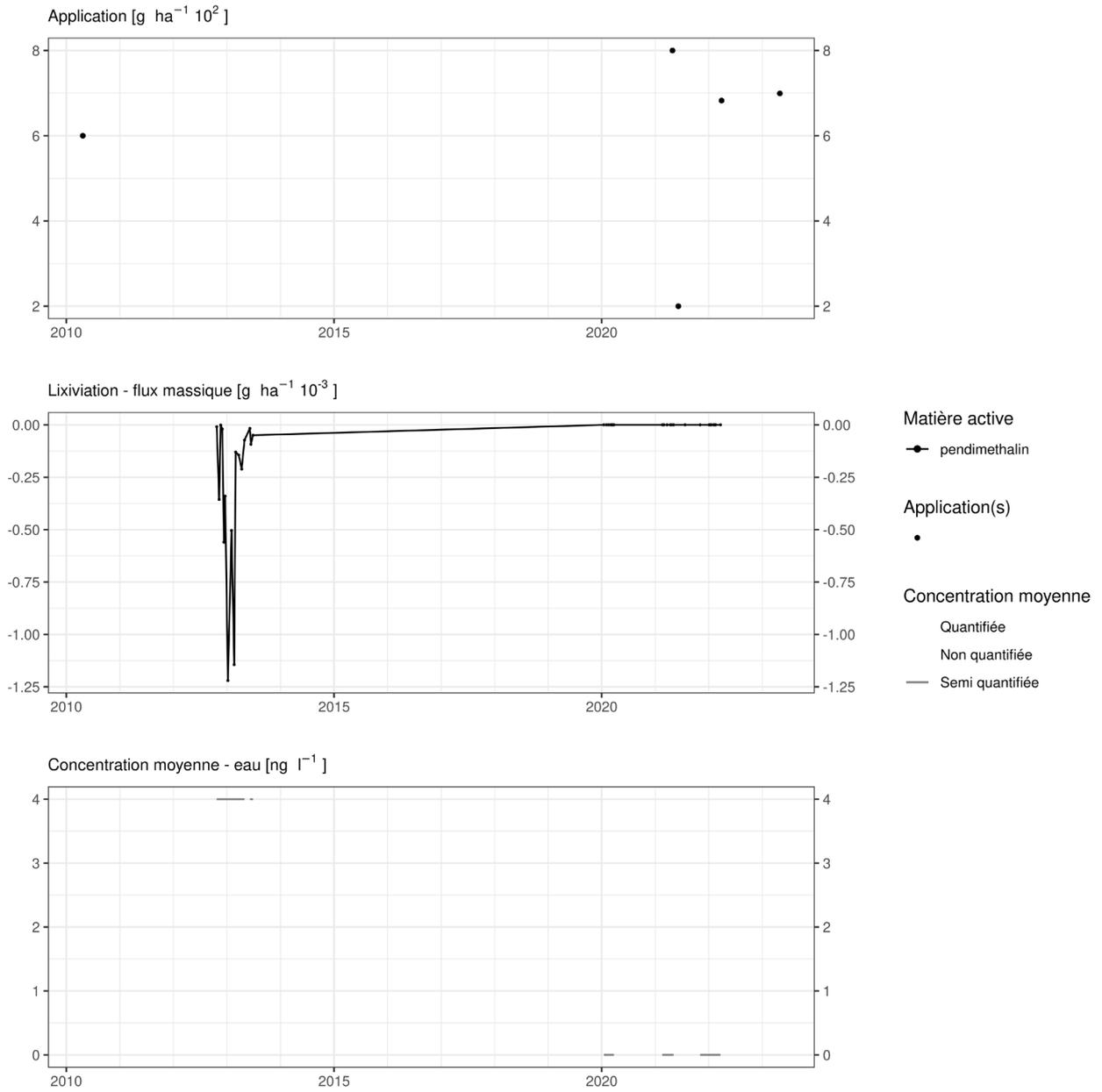
Sur la parcelle Bovenistier (figure 248), des flux de quelques dix millièmes de  $\text{g.ha}^{-1}$  ont été observés dans les analyses réalisées en 2012 et 2013. La concentration moyenne à l'échelle de la période de percolation est par conséquent restée proche de 0  $\text{ng.L}^{-1}$ . Les analyses réalisées de 2018 à 2022 n'ont pas révélé cette matière active.

Sur la parcelle Chemin de fer (figure 249), des flux de quelques millièmes de  $\text{g.ha}^{-1}$  ont été observés dans les analyses réalisées en 2012 et 2013. La concentration moyenne à l'échelle de la période de percolation est estimée à 4  $\text{ng.L}^{-1}$ . Les analyses réalisées de 2018 à 2022 n'ont, tout comme la parcelle Bovenistier, également pas révélé cette matière active.

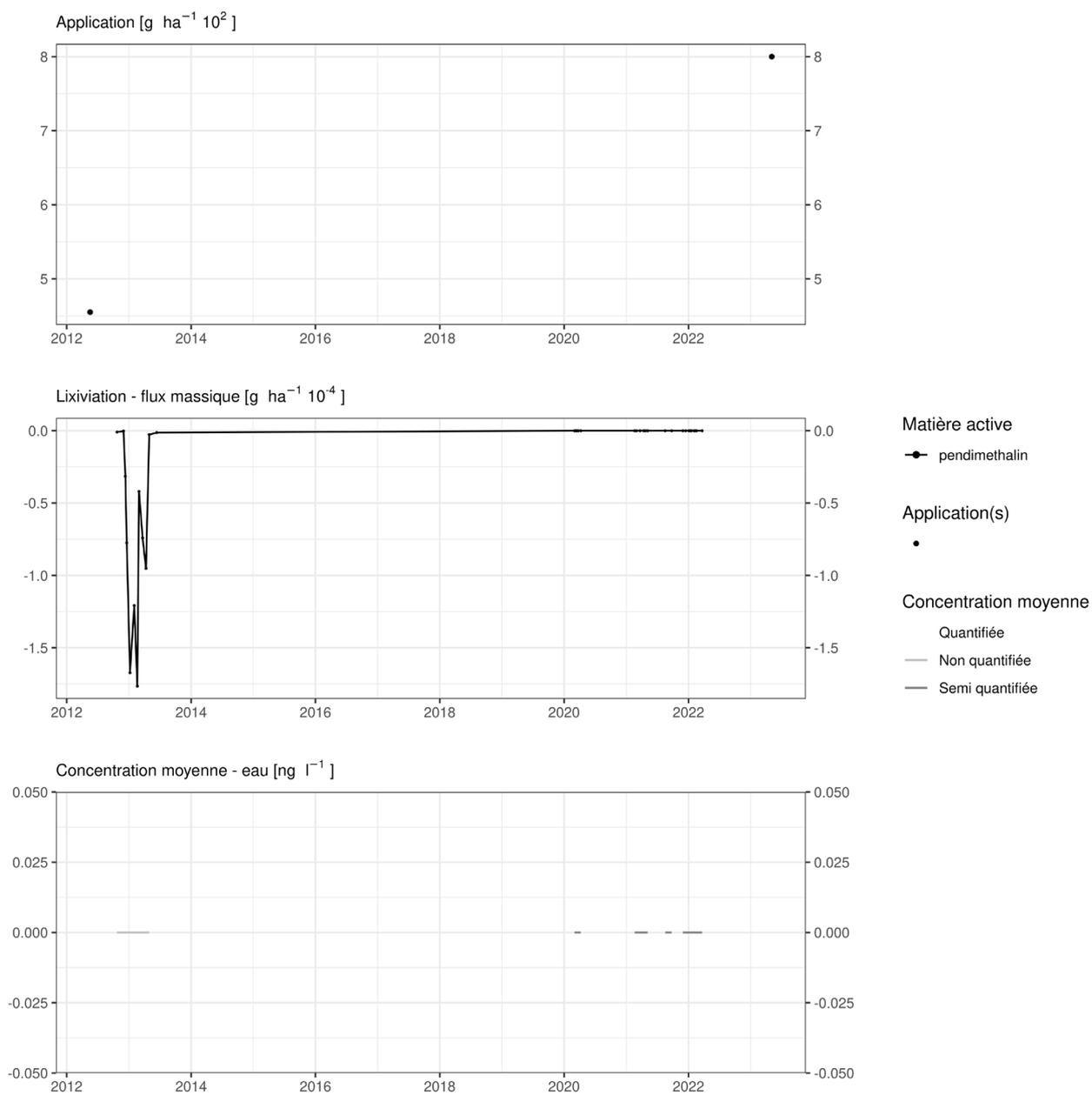
Sur les parcelle Haute Bova (figure 250) et Sole 4 (figure 251), des flux de quelques dix millièmes de  $\text{g.ha}^{-1}$  ont été observés dans les analyses réalisées en 2012 et 2013. La concentration moyenne à l'échelle de la période de percolation est par conséquent restée proche de 0  $\text{ng.L}^{-1}$ . Les analyses réalisées de 2018 à 2022 n'ont, comme pour les deux parcelles précédentes, pas révélé cette matière active.



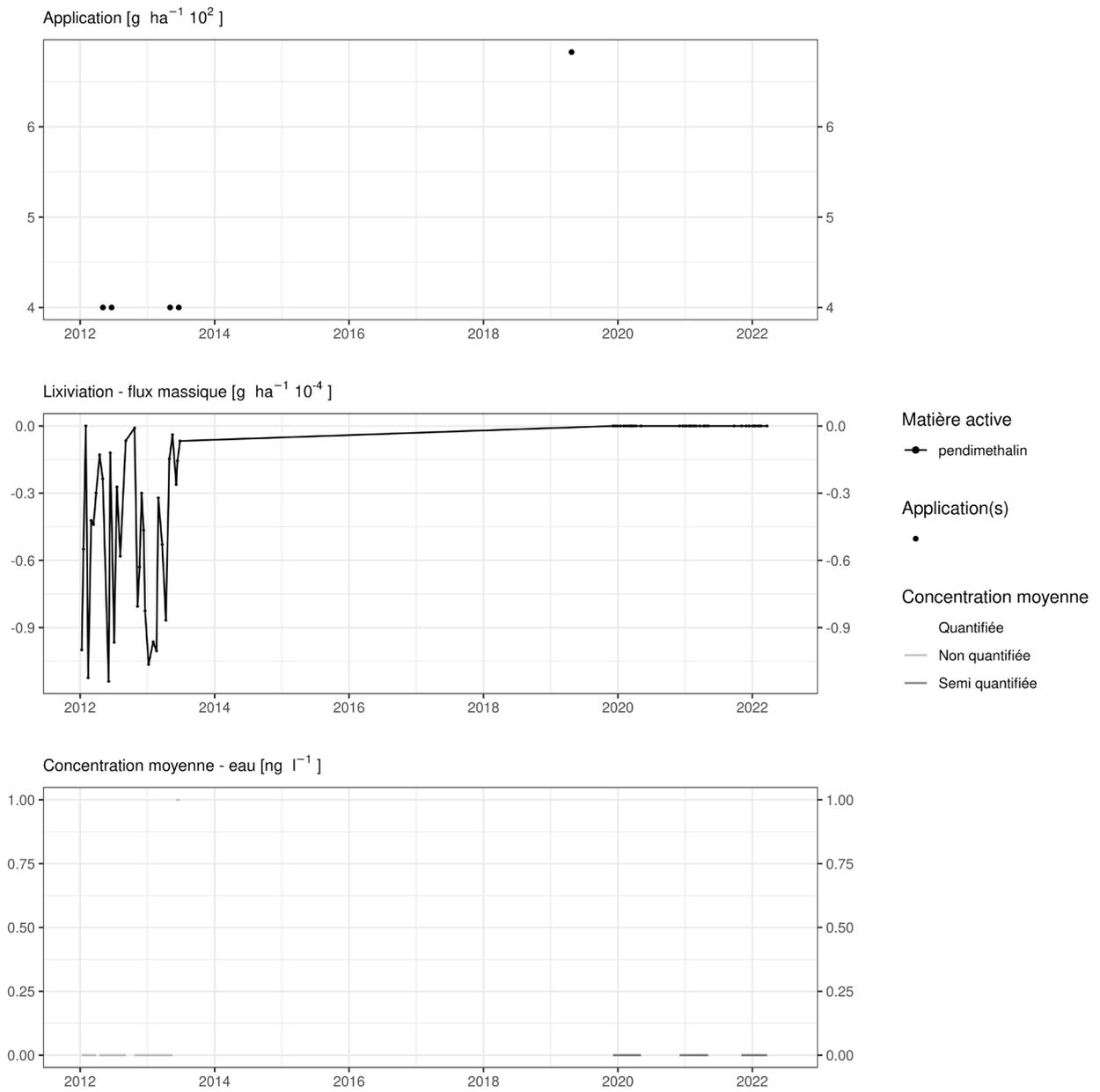
**Figure 248. Applications et suivi de la teneur en pendimethaline dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 249. Applications et suivi de la teneur en pendimethaline dans la parcelle Chemin de fer.**



**Figure 250. Applications et suivi de la teneur en pendimethaline dans la parcelle Haute Bova.**



**Figure 251. Applications et suivi de la teneur en pendimethaline dans la parcelle Sole 4.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.45 Penflufen

Le penflufen est un fongicide utilisé sur culture de pomme de terre dans la parcelle Bovenistier.

Cette molécule est suivie dans le sol depuis mai 2022 avec une LOQ de  $0.56 \mu\text{g.kg}^{-1}$ . Cette molécule a une durée de demi-vie dans les sols de 113 jours.

Les observations réalisées sur cette parcelle Bovenistier (figure 252) illustrent qu'un apport de  $20 \text{ g.ha}^{-1}$  est décelé dans les mois et les années qui suivent l'application à hauteur de quelques grammes par hectare.

Cette matière active a également été régulièrement observée sur la parcelle Sole 4 bien qu'aucun apport n'ait été renseigné.

Cette matière active est suivie dans l'eau depuis mai 2022 avec une LOQ de  $0.05 \mu\text{g.L}^{-1}$  et elle n'a jamais été quantifiée dans les échantillons d'eau bien que son indice de lixiviation GUS soit de 3.19

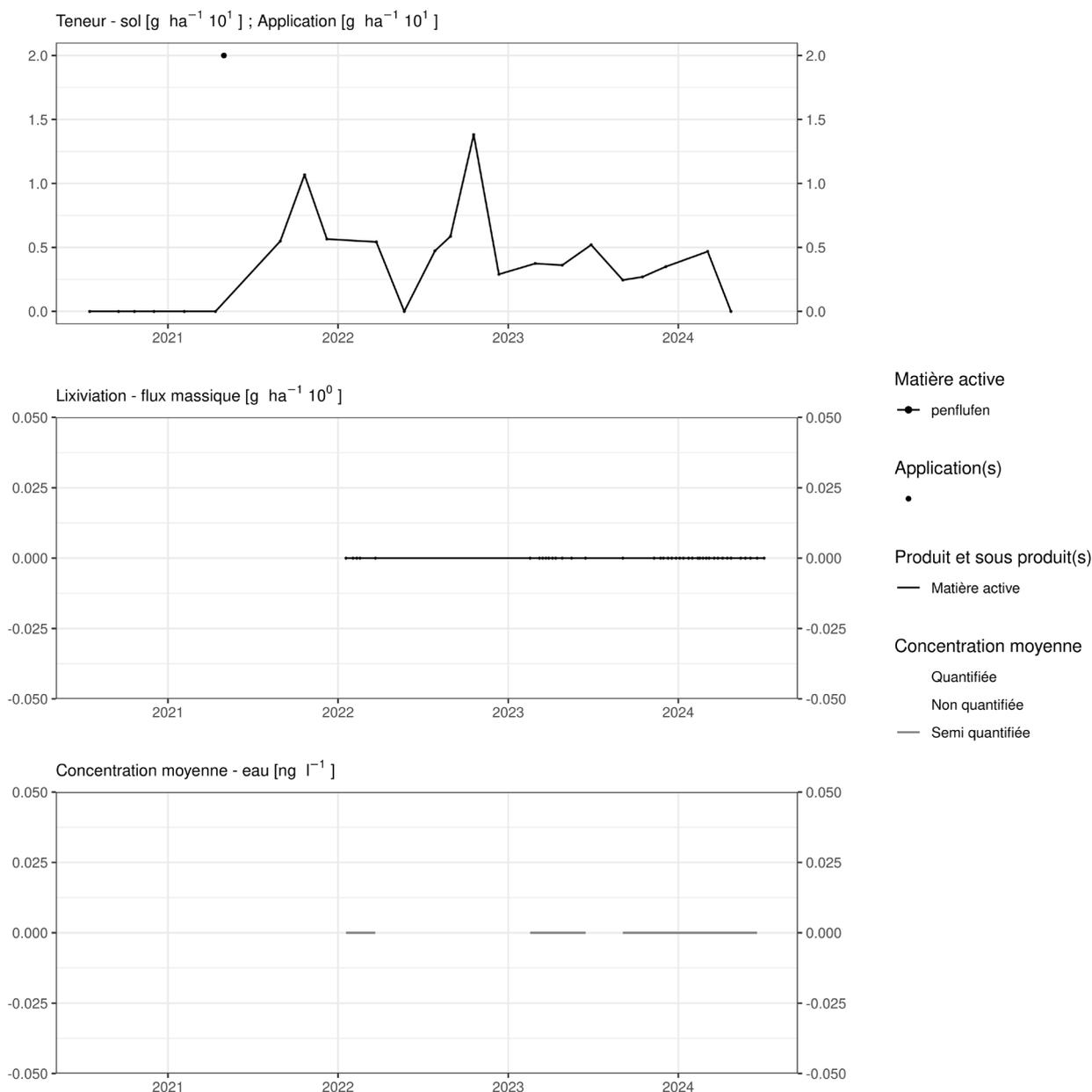


Figure 252. Applications et suivi de la teneur en penflufen dans la parcelle Bovenistier.

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines.

La figure 253 illustre sa présence dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 476 ouvrages suivis, aucun ne présente une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil (100 ng.L<sup>-1</sup>) pour la matière active.

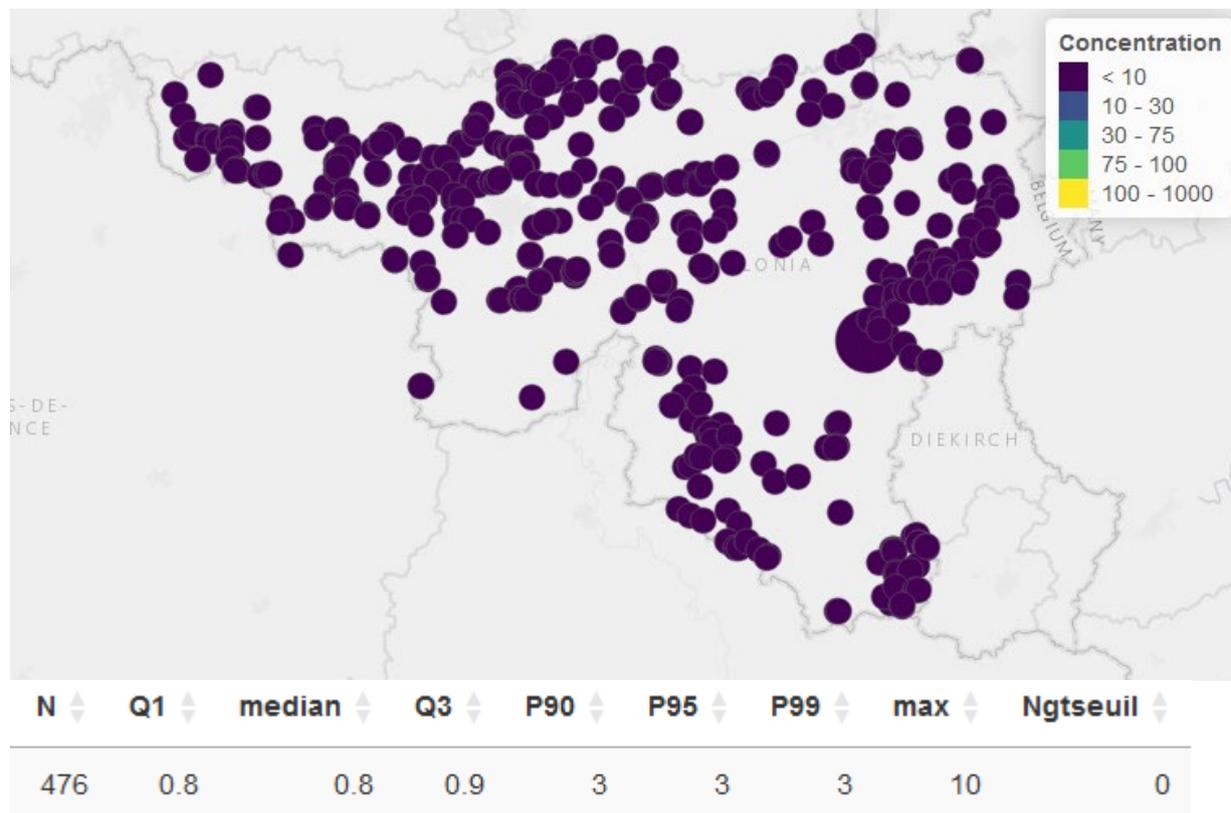


Figure 253. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en penflufen observées dans les eaux souterraines.

## 14.46 Phenmediphame

Le phenmediphame est un herbicide essentiellement utilisé sur culture de betterave dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette matière active est suivie depuis 2018 avec une LOQ de 0.8 µg.kg<sup>-1</sup> et depuis mai 2022 avec une LOQ de 0.5 µg.kg<sup>-1</sup>. Sa DT50 dans le sol est de 16.7 jours.

Quelques semaines après un traitement, les observations (figures 254 à 261) sont les suivantes :

- sur la parcelle Haute Bova, des apports réalisés au printemps 2022 (près de 300 g.ha<sup>-1</sup>) engendrent une concentration similaire dans le sol dans les jours qui suivent la fin des apports ;
- sur la parcelle Bovenistier, un apport d'environ 600 g.ha<sup>-1</sup> réalisé fin mai 2021 conduit en juillet à une concentration dans le sol de près de 65 g.ha<sup>-1</sup>;
- sur les parcelles Sol-Résidus, un apport d'environ 550 g.ha<sup>-1</sup> réalisé fin mai 2021 conduit à une concentration dans le sol est de l'ordre d'une quinzaine de grammes par hectare.

Quelques mois après un traitement, les observations sont les suivantes :

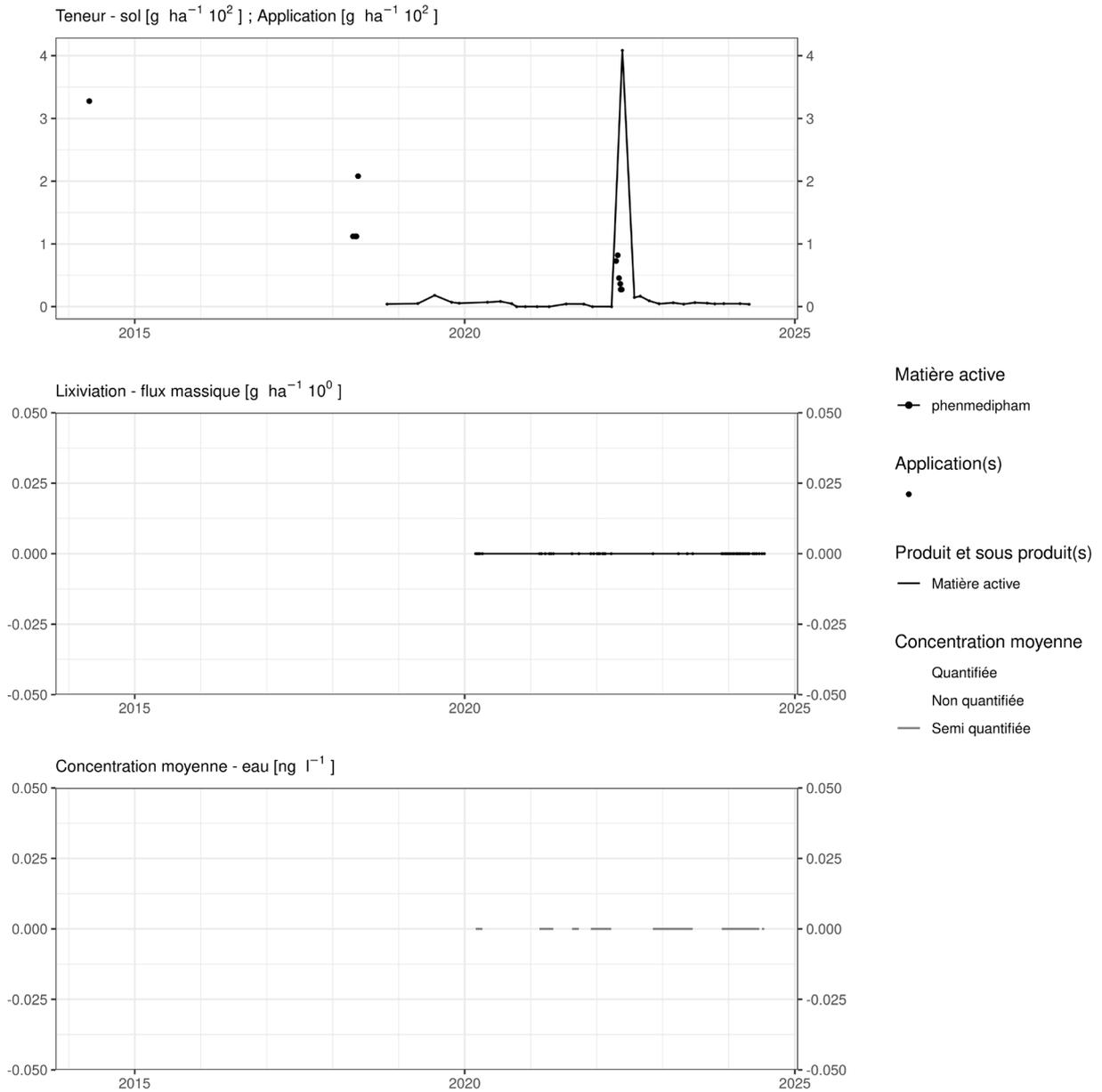
- sur la parcelle Haute Bova, un apport d'environ 550 g.ha<sup>-1</sup> réalisé au printemps 2018 laisse une concentration dans le sol en automne 2019 de l'ordre de quelques grammes par hectare. Le constat est similaire pour les traitements réalisés au printemps 2022 ;
- sur la parcelle Chemin de fer, quatre apports totalisant environ 300 g.ha<sup>-1</sup> réalisés au printemps 2018 laissent, en automne, une concentration dans le sol de l'ordre d'une dizaine de grammes par hectare ;
- sur la parcelle Bovenistier, l'apport de printemps (environ 600 g.ha<sup>-1</sup>) est visible dans le sol à hauteur d'une dizaine de gramme par hectare à la fin de l'automne ;
- sur la parcelle Sole 4, l'apport de près de 250 g.ha<sup>-1</sup> réalisé en été 2019 conduit à une concentration d'une dizaine de grammes par hectare fin d'automne de la même année ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, le traitement (environ 550 g.ha<sup>-1</sup>) réalisé au printemps 2021 a laissé une concentration de l'ordre de quelques grammes par hectare à l'automne de la même année.

Dans les deux années qui suivent un apport de cette matière active, la concentration dans le sol est décroissante avec une certaine variabilité (les « pics » observés, compte tenu de l'ordre de grandeur de la mesure (quelques grammes par hectare) sont imputables à l'imprécision liée à l'échantillonnage et à l'analyse).

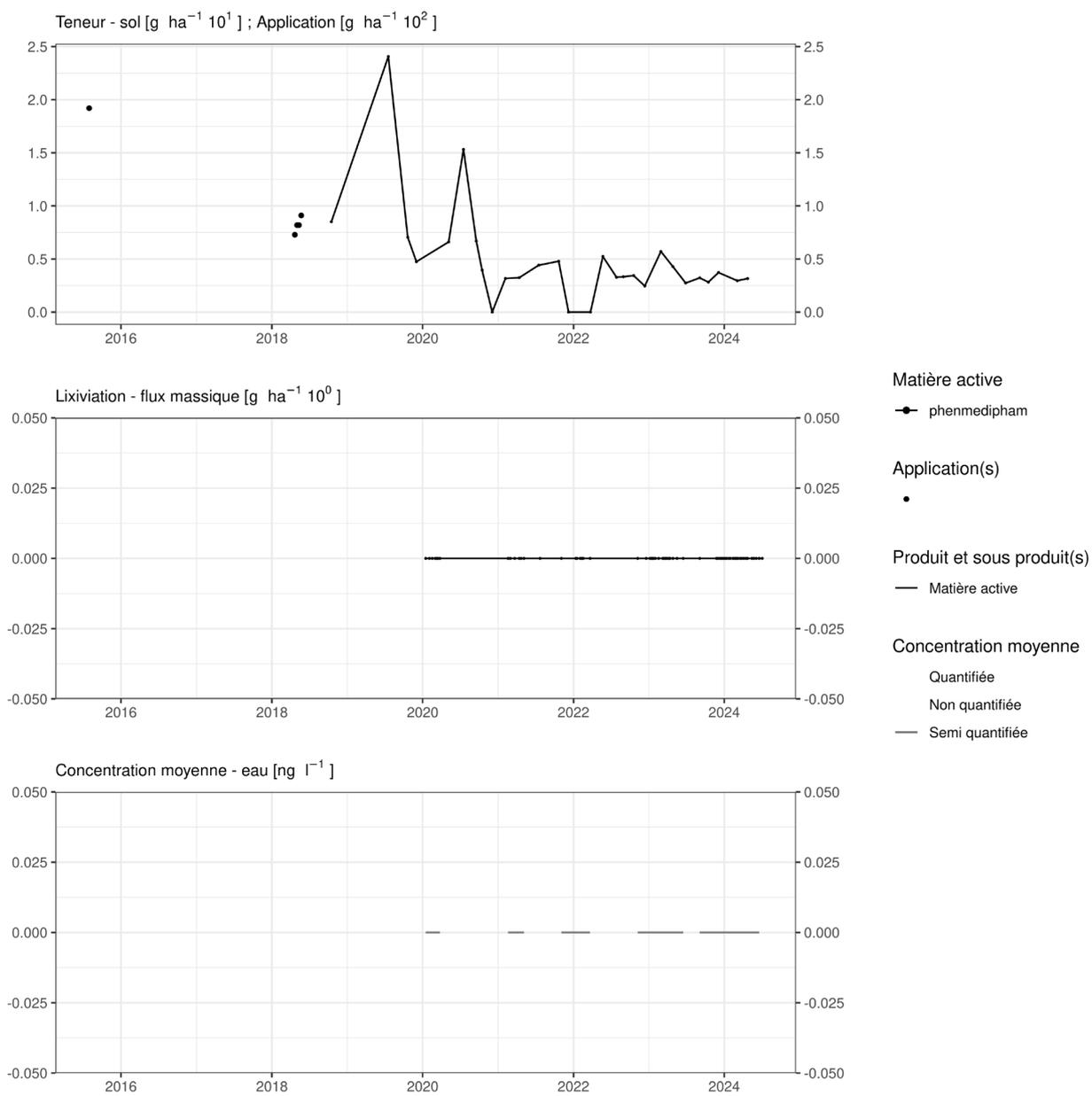
A plus long terme (plus de trois ans après l'apport), la matière active n'est dans le sol qu'à des concentrations de l'ordre de quelques g.ha<sup>-1</sup> (Haute Bova 2018, Chemin de fer 2018, Bovenistier 2016, Sol-Résidus 2017).

### **EAU**

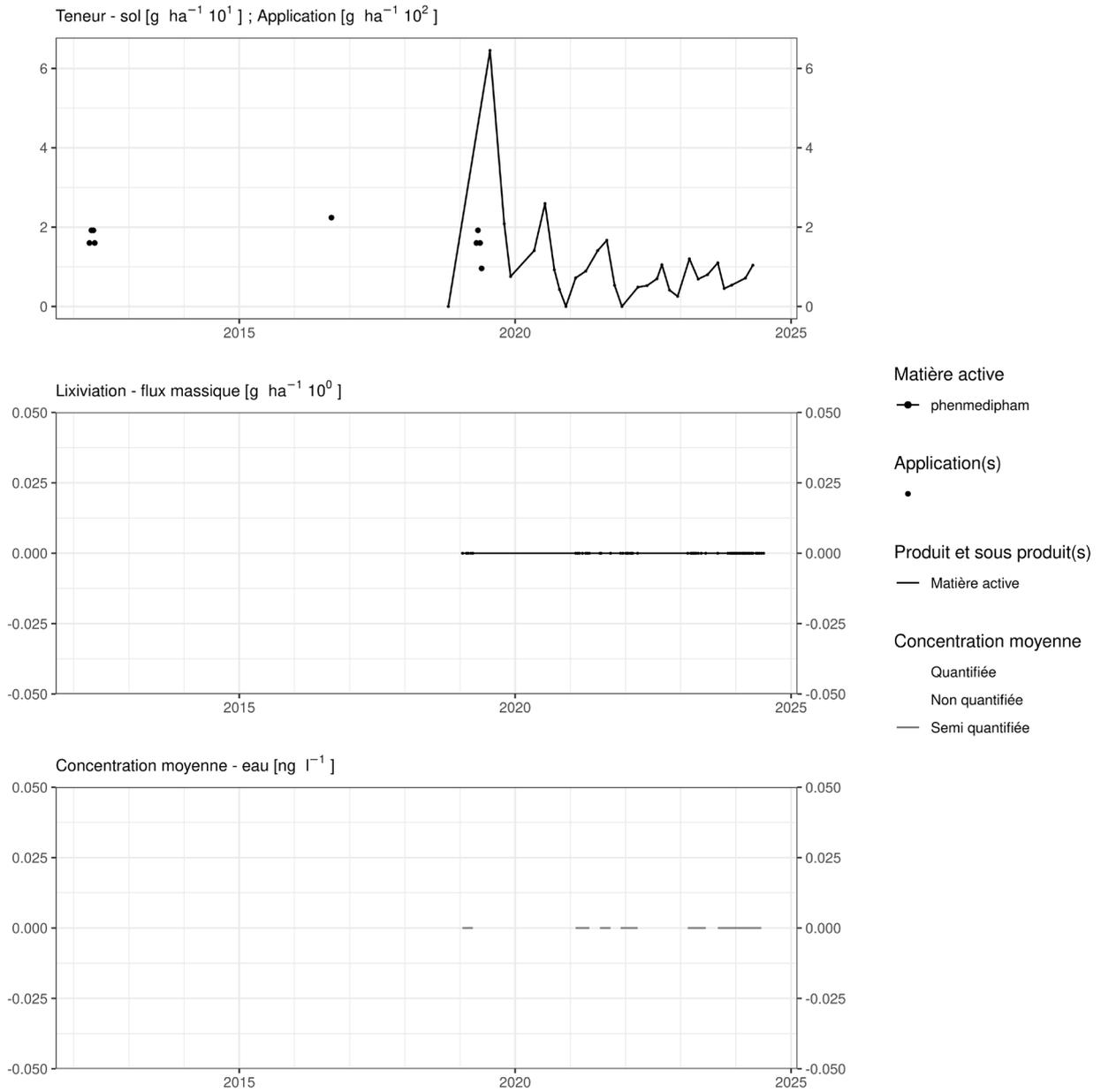
Cette molécule est suivie dans l'eau depuis 2018 avec une LOQ de 0.4 µg.L<sup>-1</sup> puis de 0.5 µg.L<sup>-1</sup> depuis mai 2022. Cette matière active n'a jamais été détectée dans les échantillons d'eau mais il faut toutefois souligner que la méthode analytique n'est pas assez sensible pour cette molécule. Il faudrait développer une méthode spécifique à l'analyse de cette matière active. Cependant son indice de lixiviation GUS est faible puisqu'il est de 1.15.



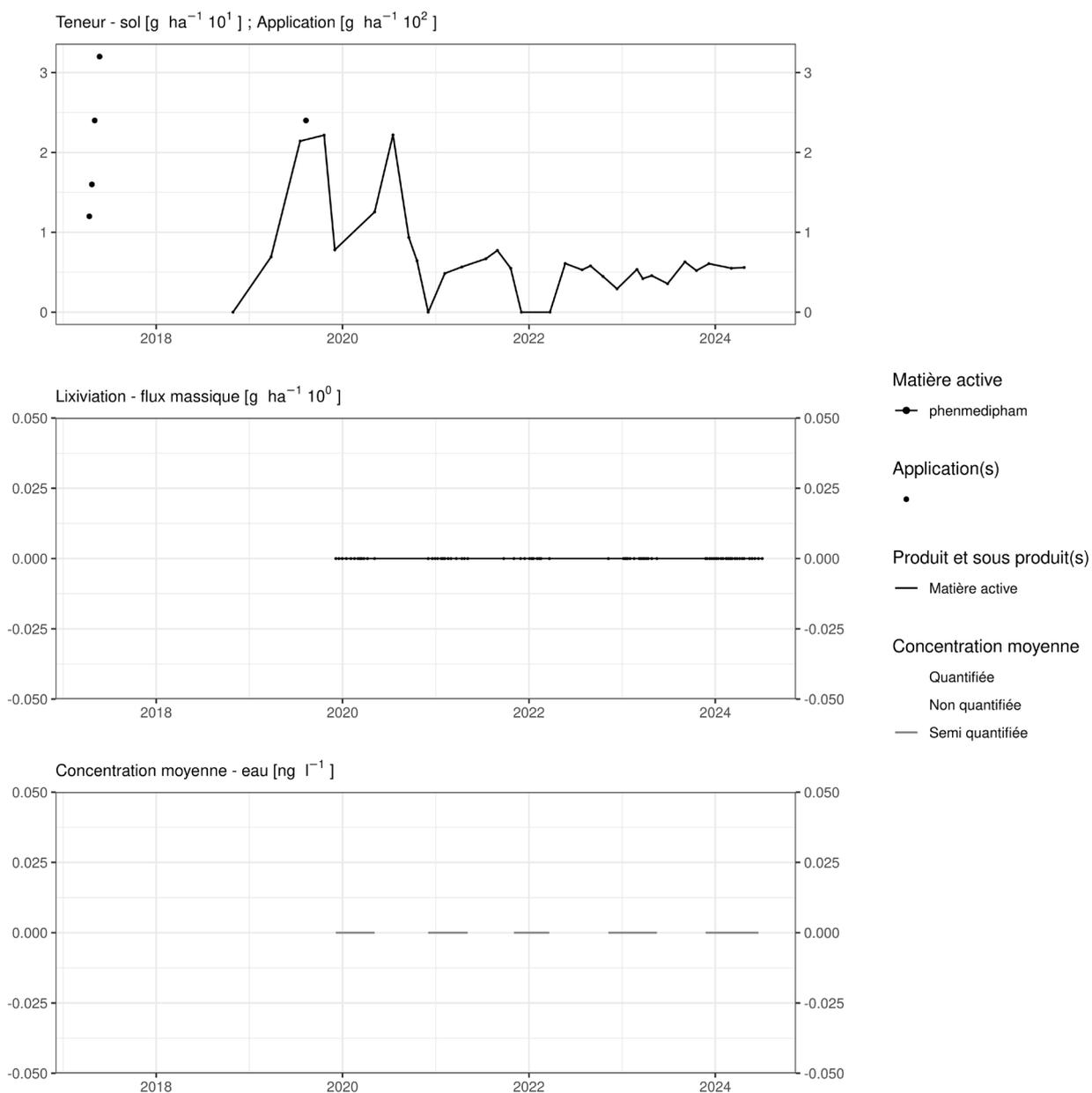
**Figure 254. Applications et suivi de la teneur en phenmedipham dans la parcelle Haute Bova.**



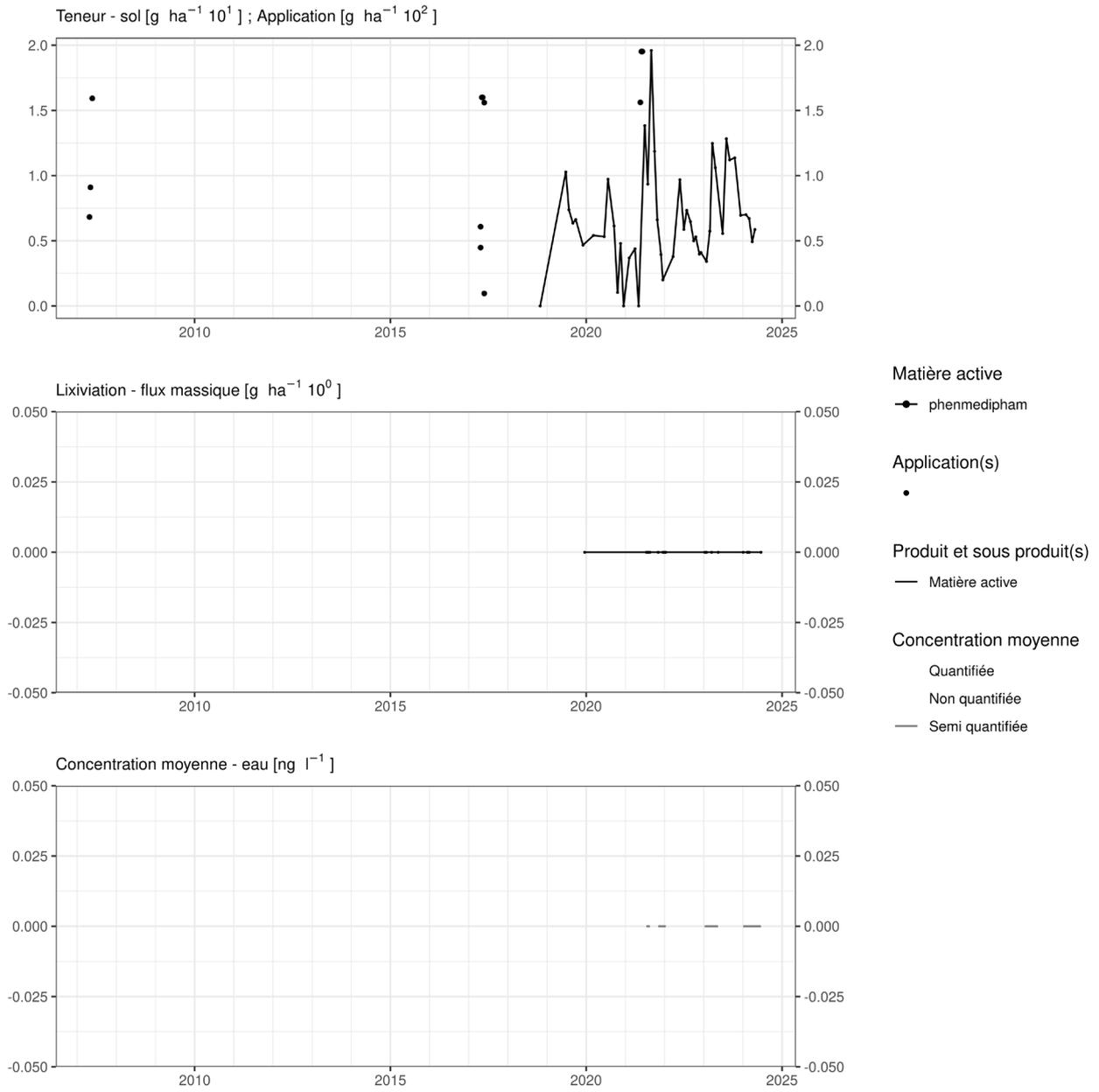
**Figure 255. Applications et suivi de la teneur en phenmedipham dans la parcelle Chemin de fer.**



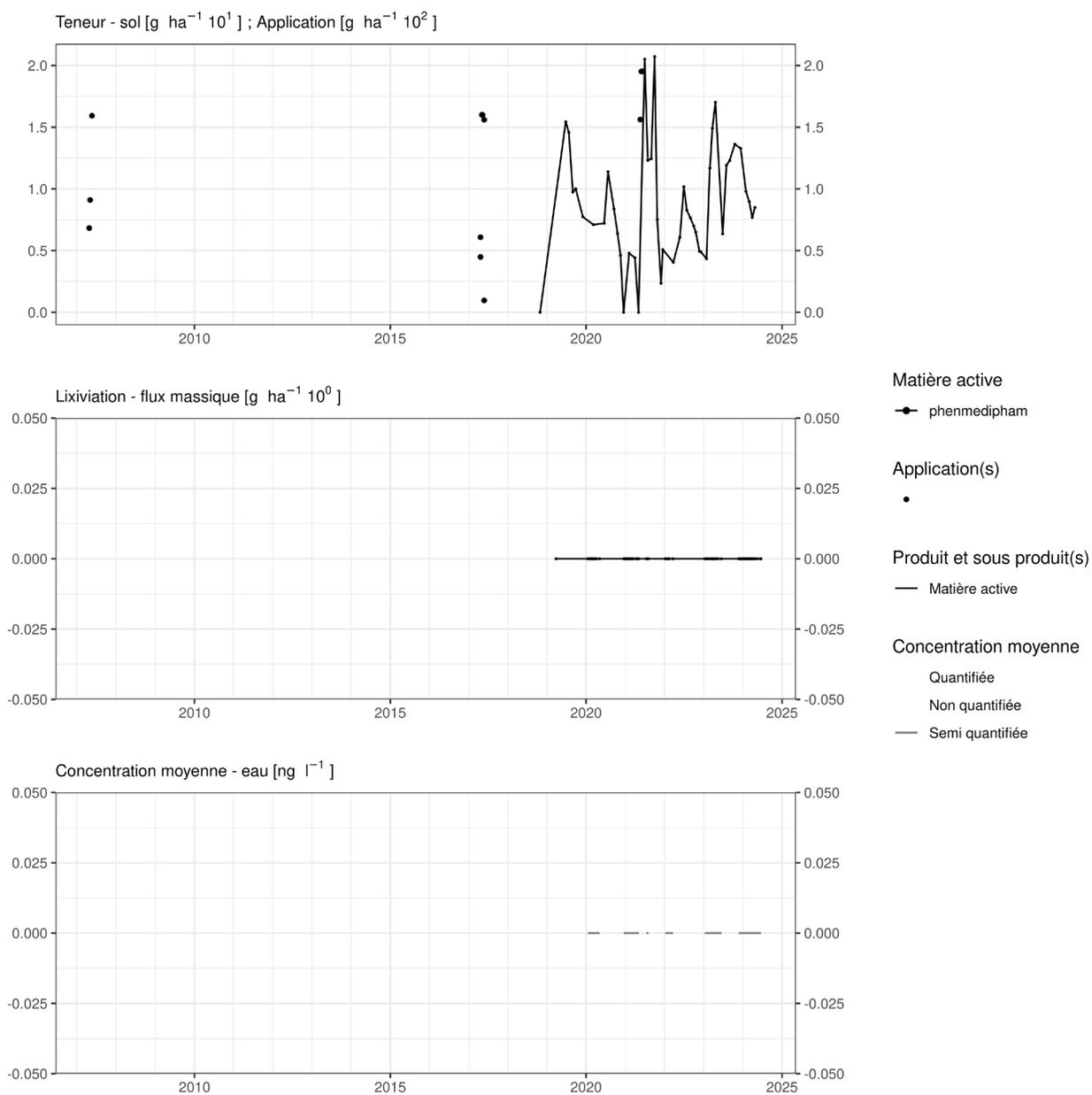
**Figure 256. Applications et suivi de la teneur en phenmedipham dans la parcelle Bovenistier.**



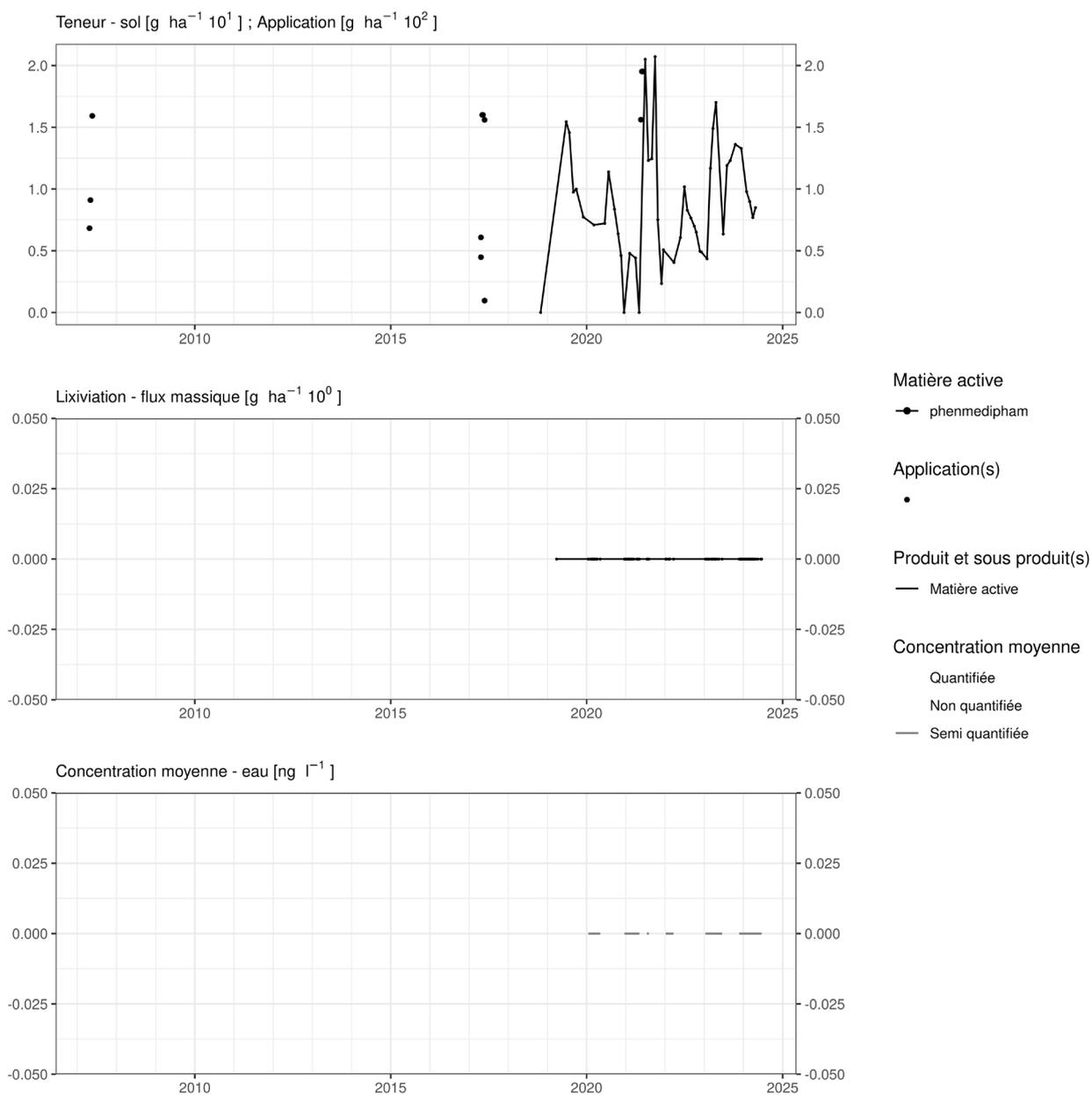
**Figure 257. Applications et suivi de la teneur en phenmedipham dans la parcelle Sole 4.**



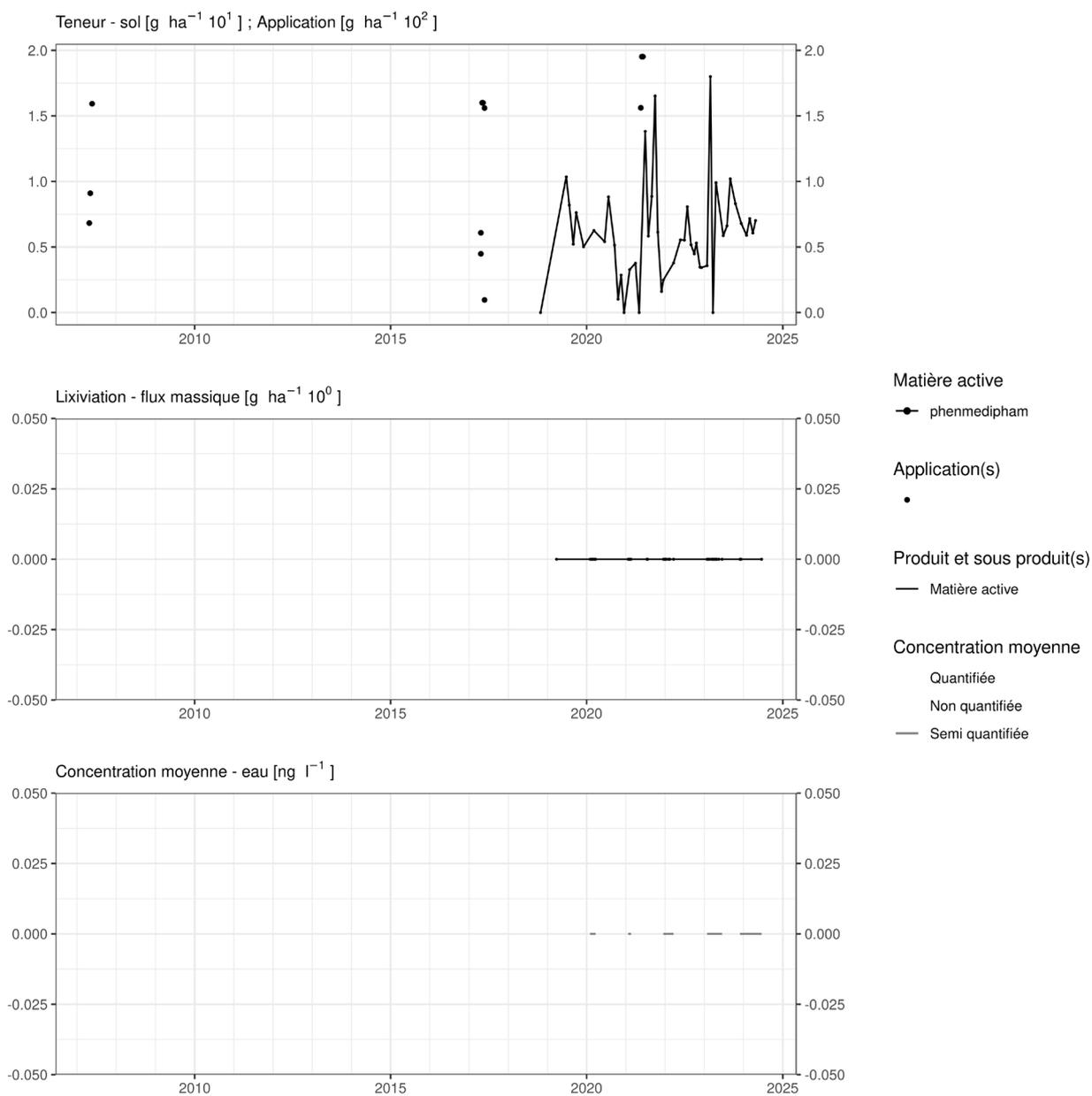
**Figure 258. Applications et suivi de la teneur en phenmedipham dans la parcelle SR4.**



**Figure 259. Applications et suivi de la teneur en phenmedipham dans la parcelle SR8.**



**Figure 260. Applications et suivi de la teneur en phenmedipham dans la parcelle SR12.**



**Figure 261. Applications et suivi de la teneur en phenmedipham dans la parcelle SR16.**

## **EAU SOUTERRAINE**

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines.

## 14.47 Pirimicarb

Le pirimicarb est un insecticide utilisé sur culture de légumes dans trois parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette matière active n'a pas été suivie dans le sol.

### **EAU**

Cette molécule a été suivie dans l'eau entre 2019 et 2022 avec une LOQ de  $0.01 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Cette matière active n'a jamais été détectée dans les échantillons d'eau collectés aux exutoires des lysimètres.

### **EAU SOUTERRAINE**

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu de son absence de détection à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.48 Prochloraz

Le prochloraz est un fongicide qui a été appliqué sur une culture de froment sur la parcelle Haute Bova au printemps 2019.

Cette matière active n'a pas été suivie dans les sols.

Cette matière active a été suivie dans l'eau entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de  $0.02 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Les analyses d'eau réalisées entre mars 2020 et mars 2022 n'ont pas permis de détecter cette matière active.

### EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines.

La figure 262 illustre sa présence dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 528 ouvrages suivis, un présente une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil ( $100 \text{ ng.L}^{-1}$ ) pour la matière active.

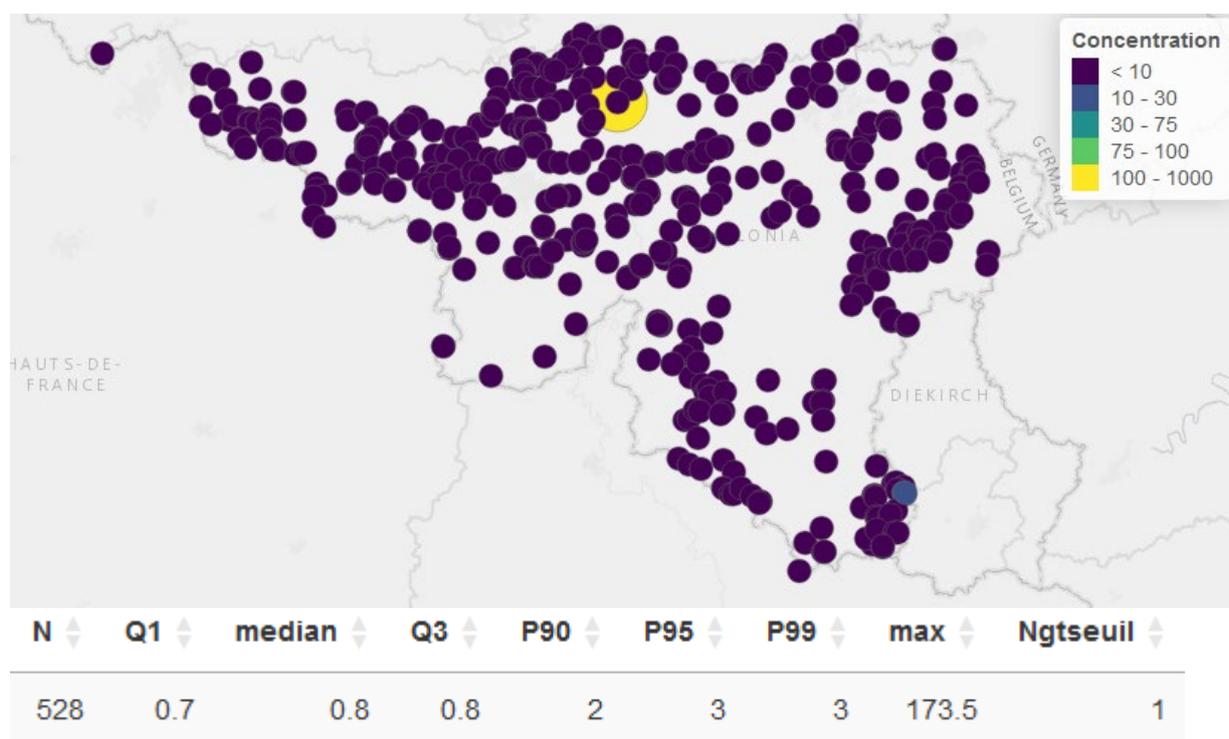


Figure 262. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles ( $\text{ng.L}^{-1}$ ) en prochloraz observées dans les eaux souterraines.

## 14.49 Propaquizafop

Le propaquizafop est un herbicide utilisé pour la culture de la betterave.

### SOL

Cette matière active n'a pas été observée dans le sol des parcelles de Hesbaye où la seule application connue a été faite sur la parcelle Haute Bova.

Dans les parcelles Sol-Résidus (figure 263 à figure 266), suite à une application de 150 g.ha<sup>-1</sup>, elle est visible à une concentration de l'ordre d'une dizaine de g.ha<sup>-1</sup> le lendemain de l'application et n'est plus détectée quelques jours après l'application.

### EAU

Cette matière active est suivie dans l'eau depuis 2022 mais n'a jamais été détectée.

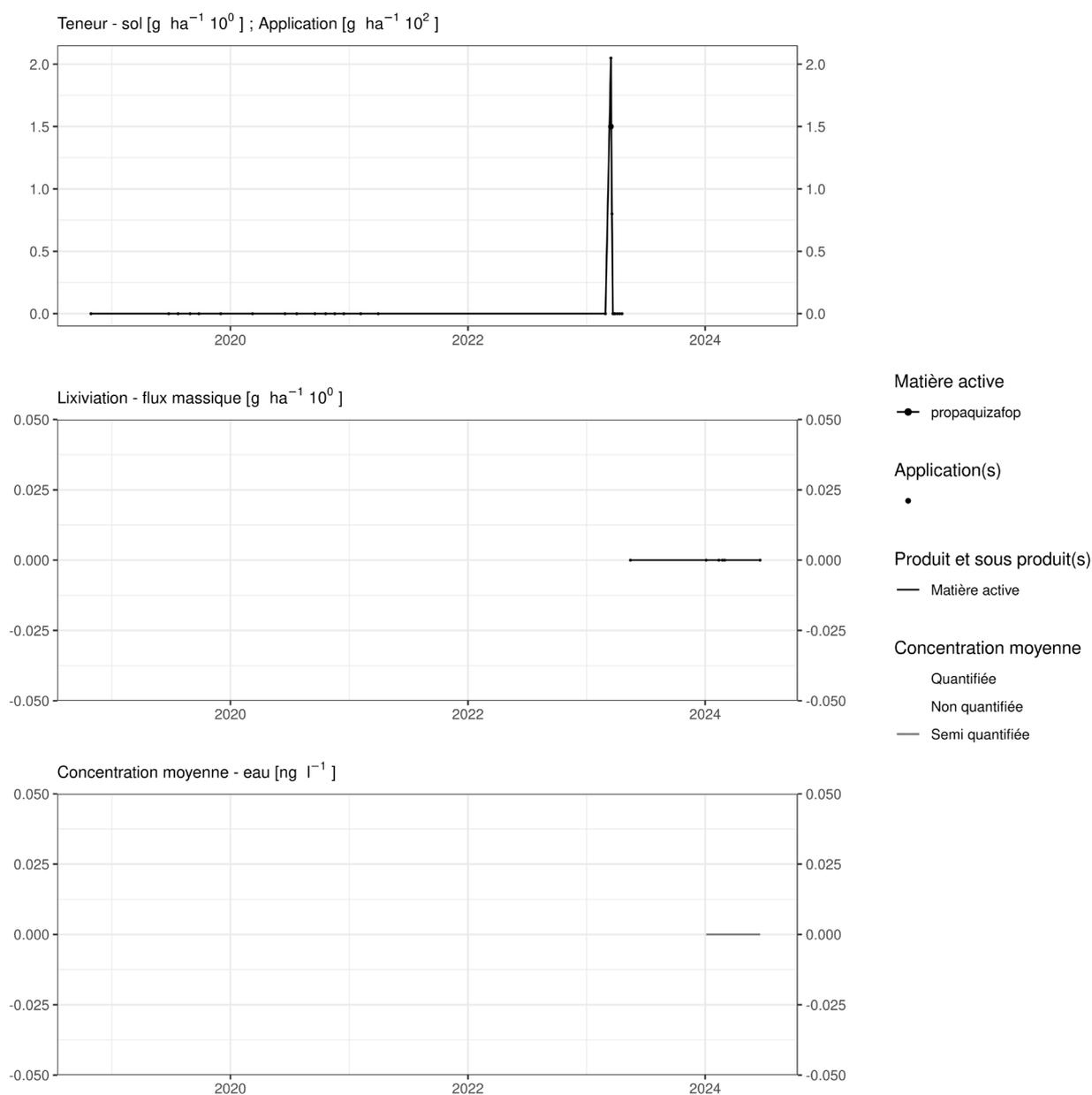
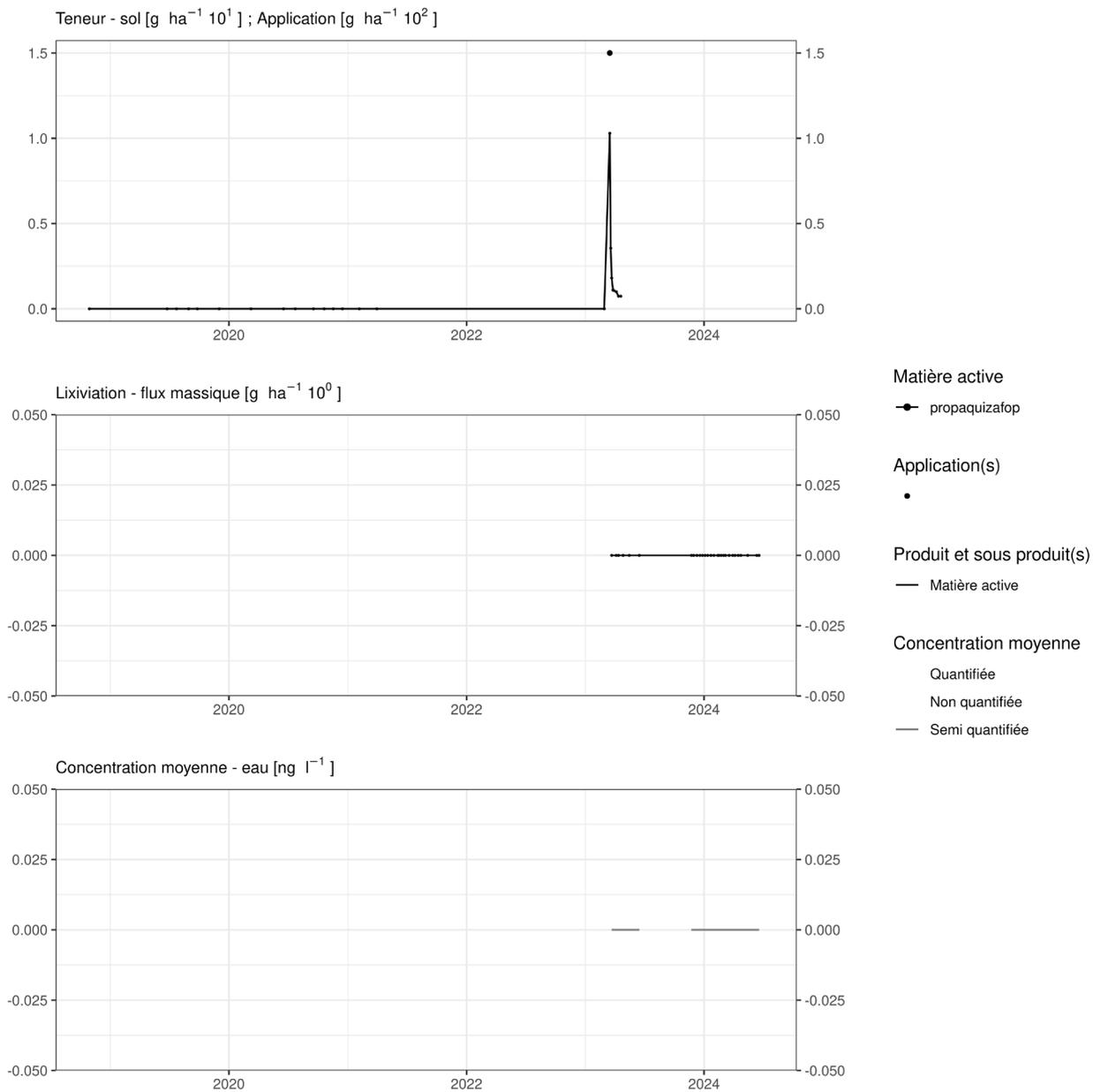


Figure 263. Applications et suivi de la teneur en propaquizafop dans la parcelle SR4.



**Figure 264. Applications et suivi de la teneur en propaquizafop dans la parcelle SR8.**

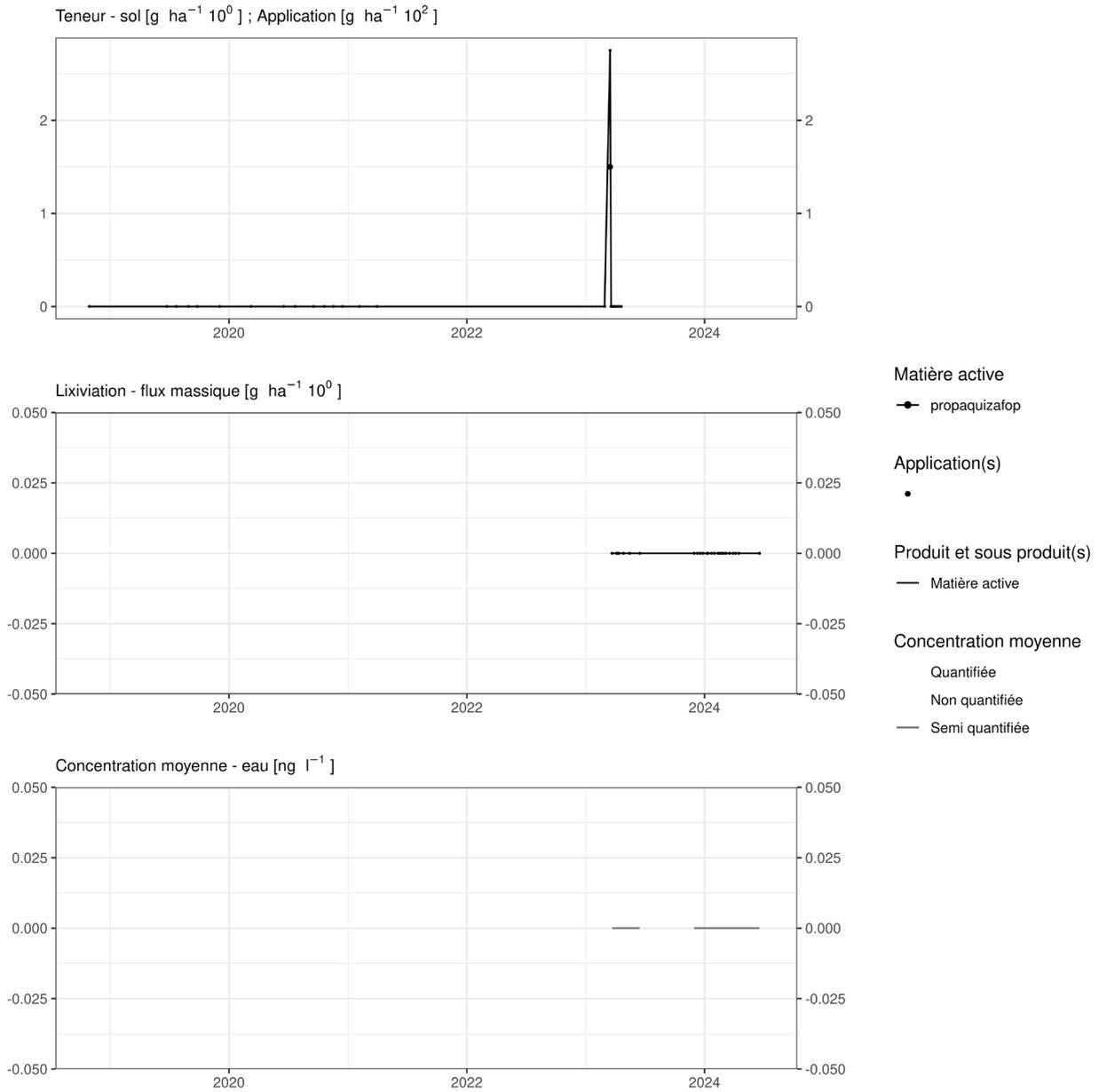
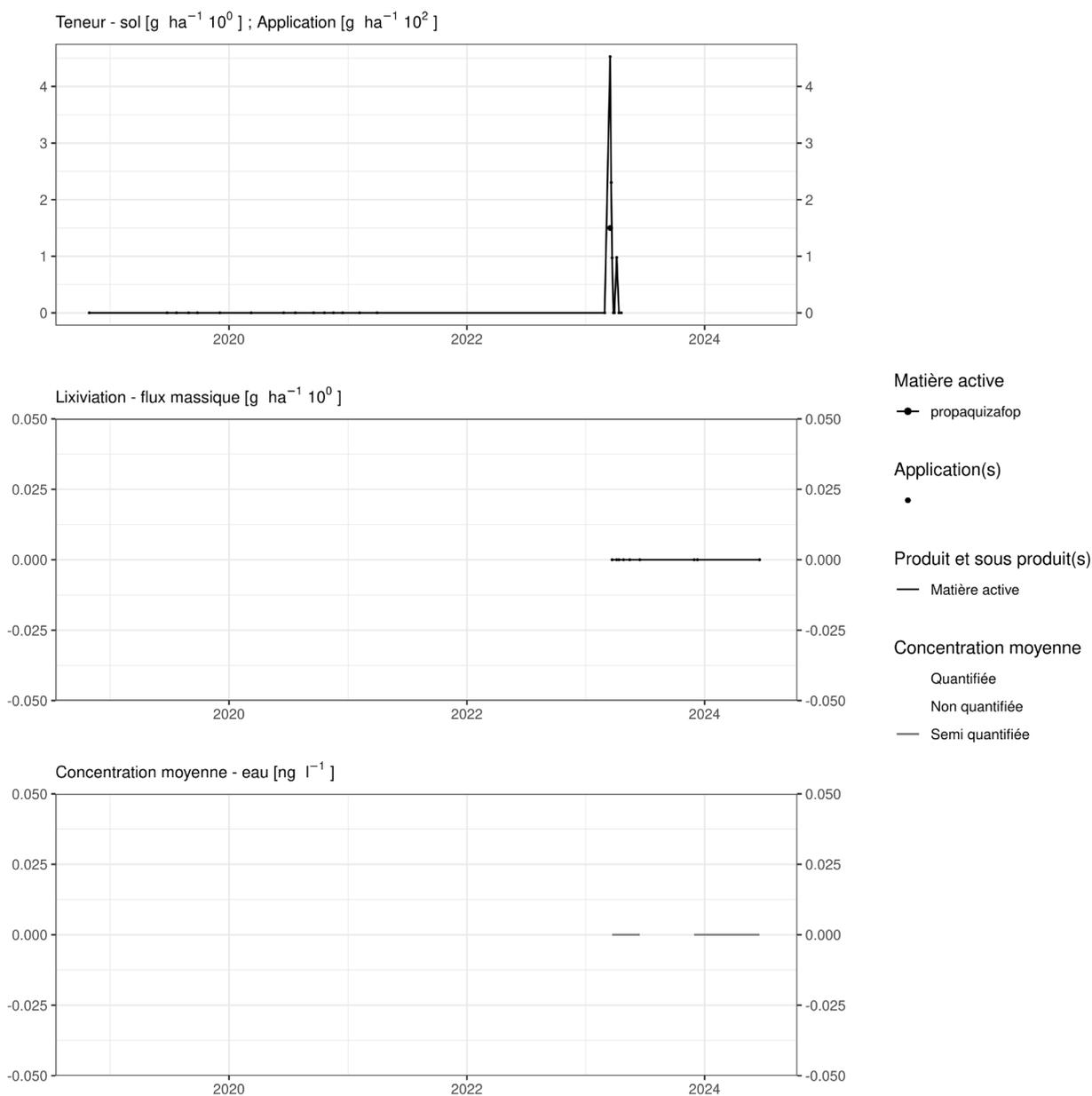


Figure 265. Applications et suivi de la teneur en propaquizafop dans la parcelle SR12.



**Figure 266. Applications et suivi de la teneur en propaquizafop dans la parcelle SR16.**

## **EAU SOUTERRAINE**

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.50 Propiconazole

Le propiconazole est un fongicide utilisé sur culture de froment ou de betterave dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette matière active a été suivie dans le sol entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de  $0.6 \mu\text{g.kg}^{-1}$ . Sa DT50 dans le sol est de 35.2 jours.

Les observations réalisées sur la parcelle Sole 4 (figure 267) sont difficilement interprétables dans les semaines qui suivent le traitement car nous ne disposons pas du suivi dans le sol avant le premier traitement (printemps 2016).

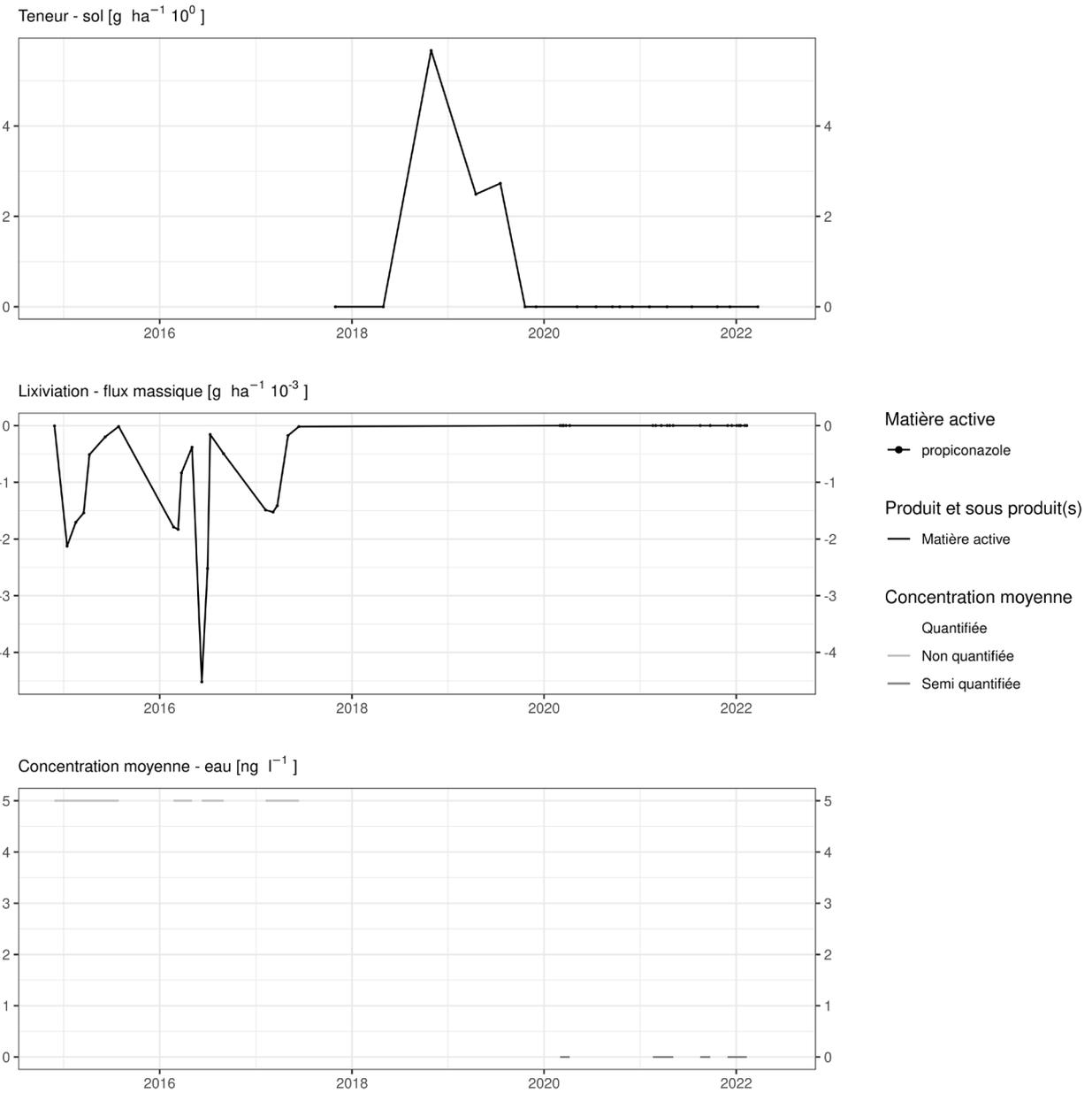
Plusieurs années après un traitement, les observations (figures 267 à 273) sont les suivantes :

- sur la parcelle Sole 4, trois apports, d'environ  $100 \text{ g.ha}^{-1}$  chacun, réalisés entre 2016 et 2018 conduisent à une concentration dans le sol de l'ordre de  $5 \text{ g.ha}^{-1}$  trois ans après le traitement ;
- sur les parcelles Sol-Résidus, un apport d'environ  $100 \text{ g.ha}^{-1}$  réalisé en 2017 n'est plus observé dans le sol cinq ans après le traitement ;
- sur Bovenistier, un apport réalisé en 2012 ne révèle aucun résidu dans le sol à partir de 2018 (début des analyses).

### **EAU**

Cette molécule a été suivie dans l'eau entre 2018 et mai 2022 avec une LOQ de  $0.04 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice GUS est de 1.58.

Cette matière active n'a jamais été détectée dans les échantillons d'eau analysés au cours de cette période.



**Figure 267. Applications et suivi de la teneur en propiconazole dans la parcelle Haute Bova.**

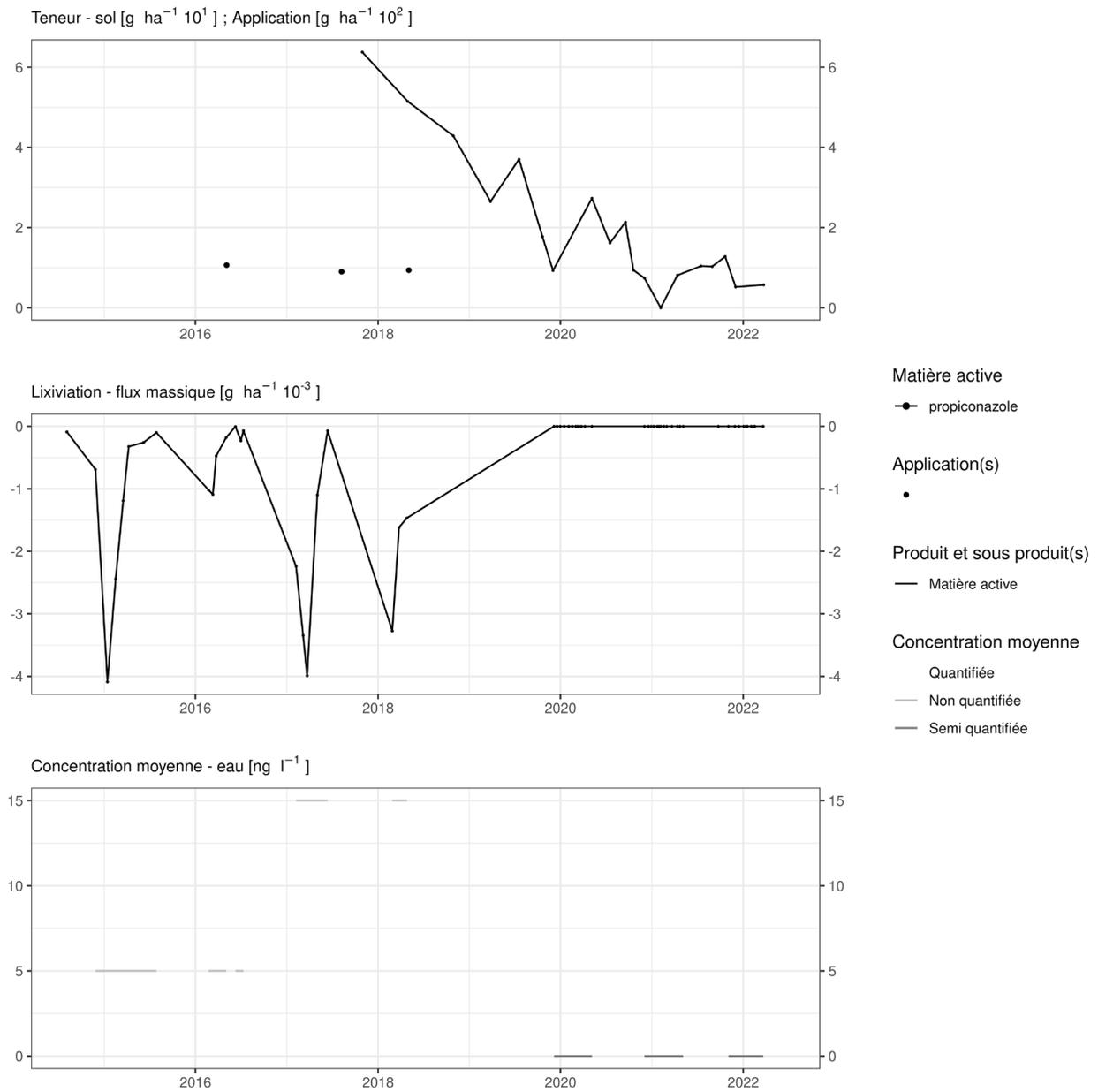
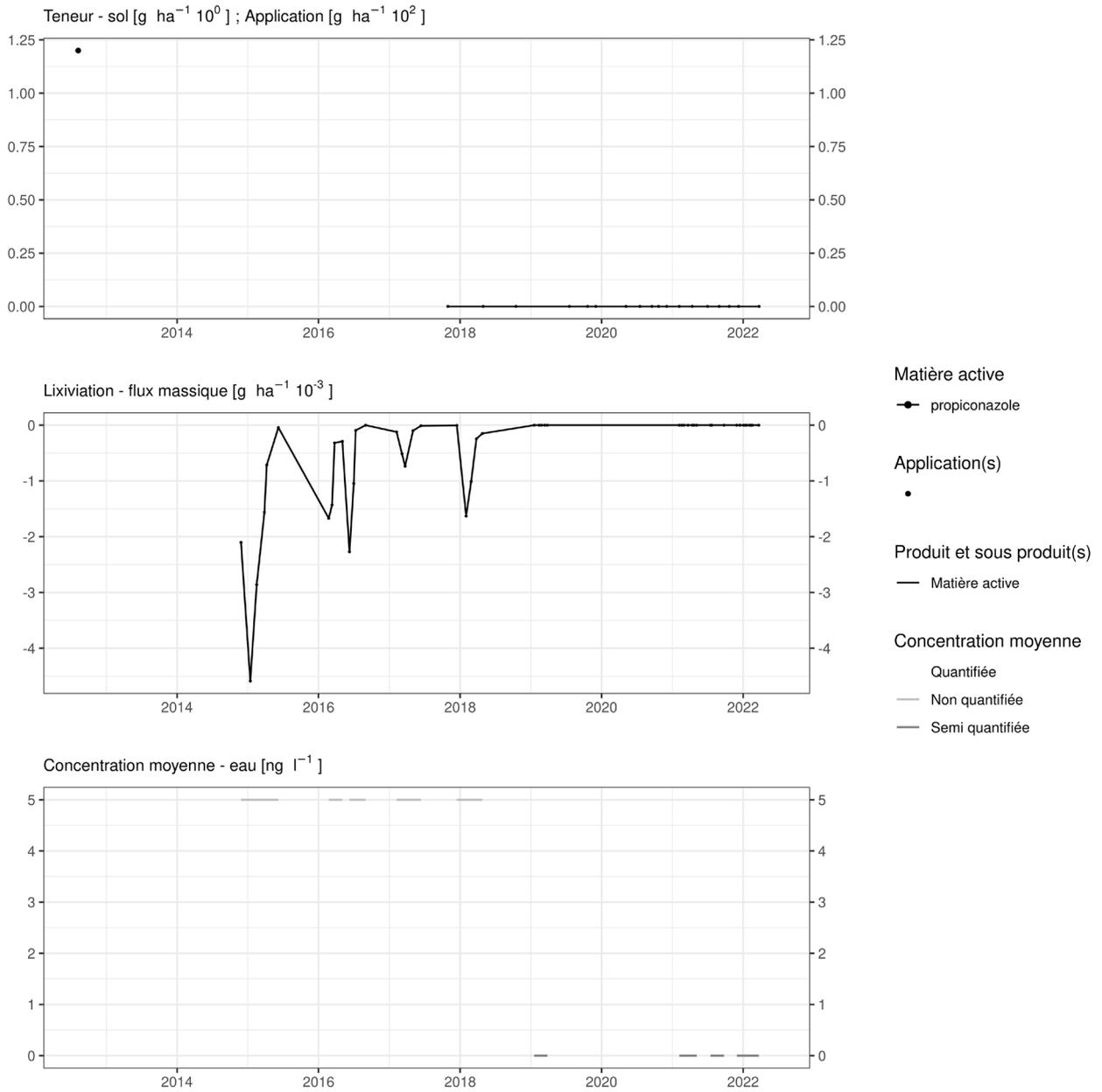
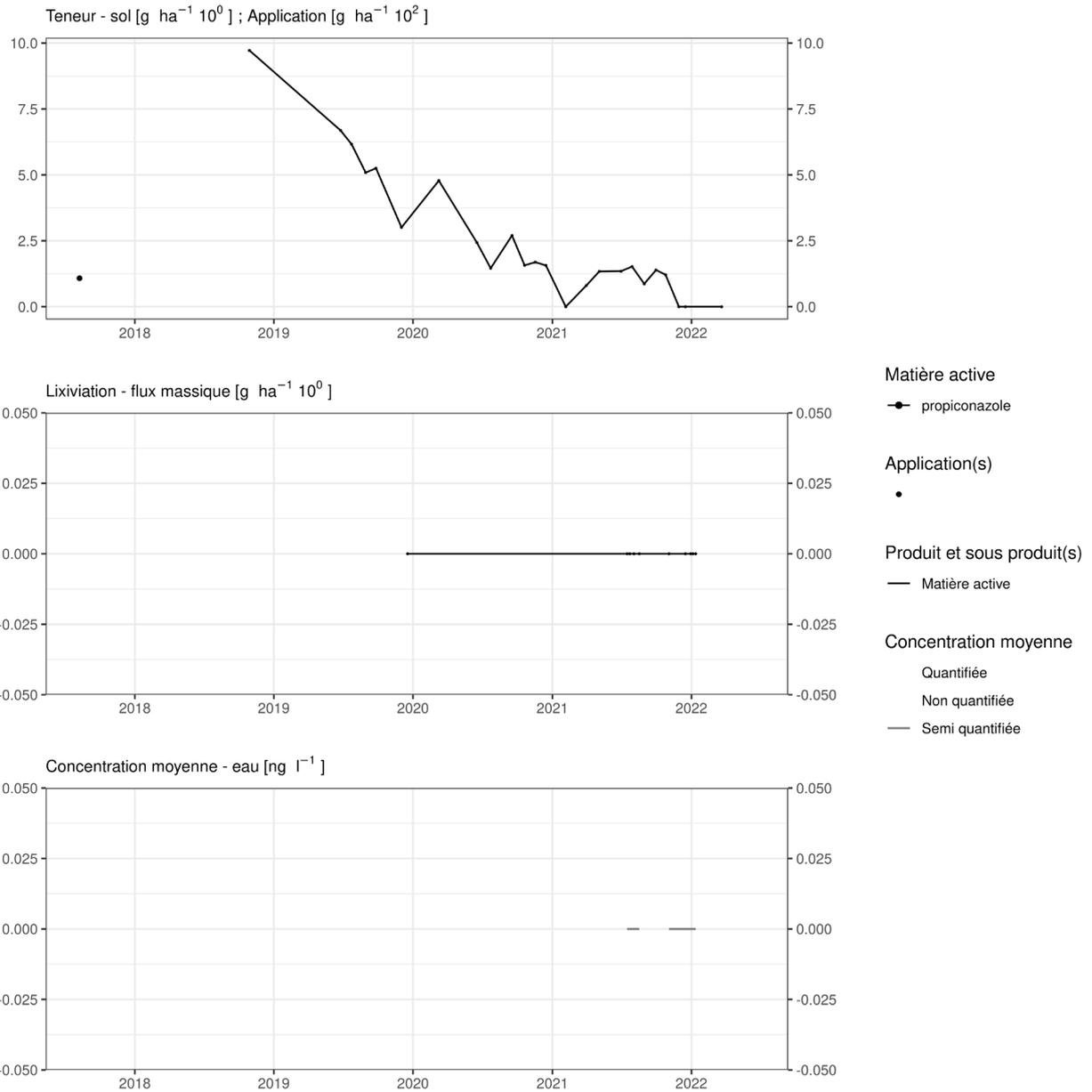


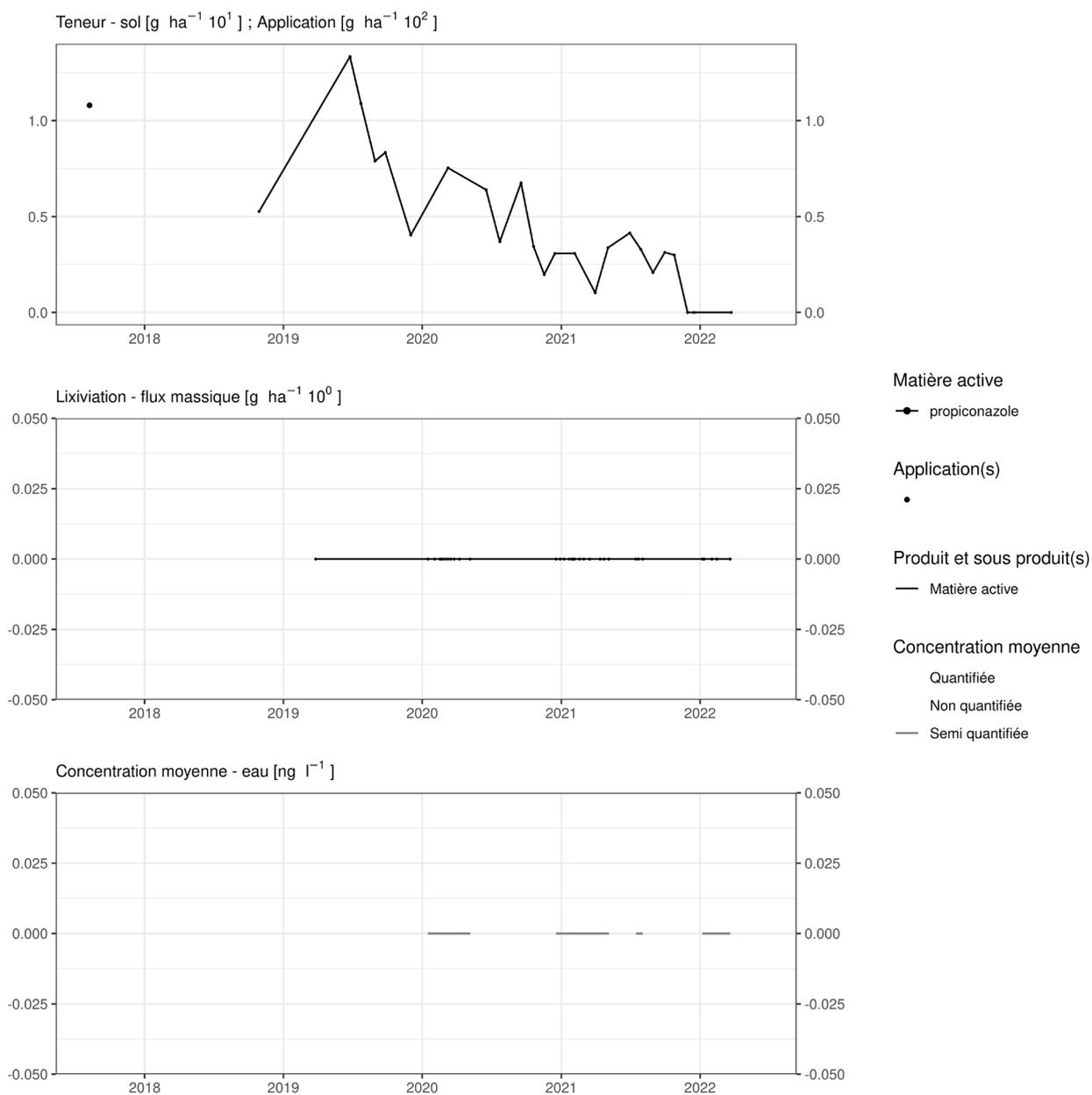
Figure 268. Applications et suivi de la teneur en propiconazole dans la parcelle Sole 4.



**Figure 269. Applications et suivi de la teneur en propiconazole dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 270. Applications et suivi de la teneur en propiconazole dans la parcelle SR4.**



**Figure 271. Applications et suivi de la teneur en propiconazole dans la parcelle SR8.**

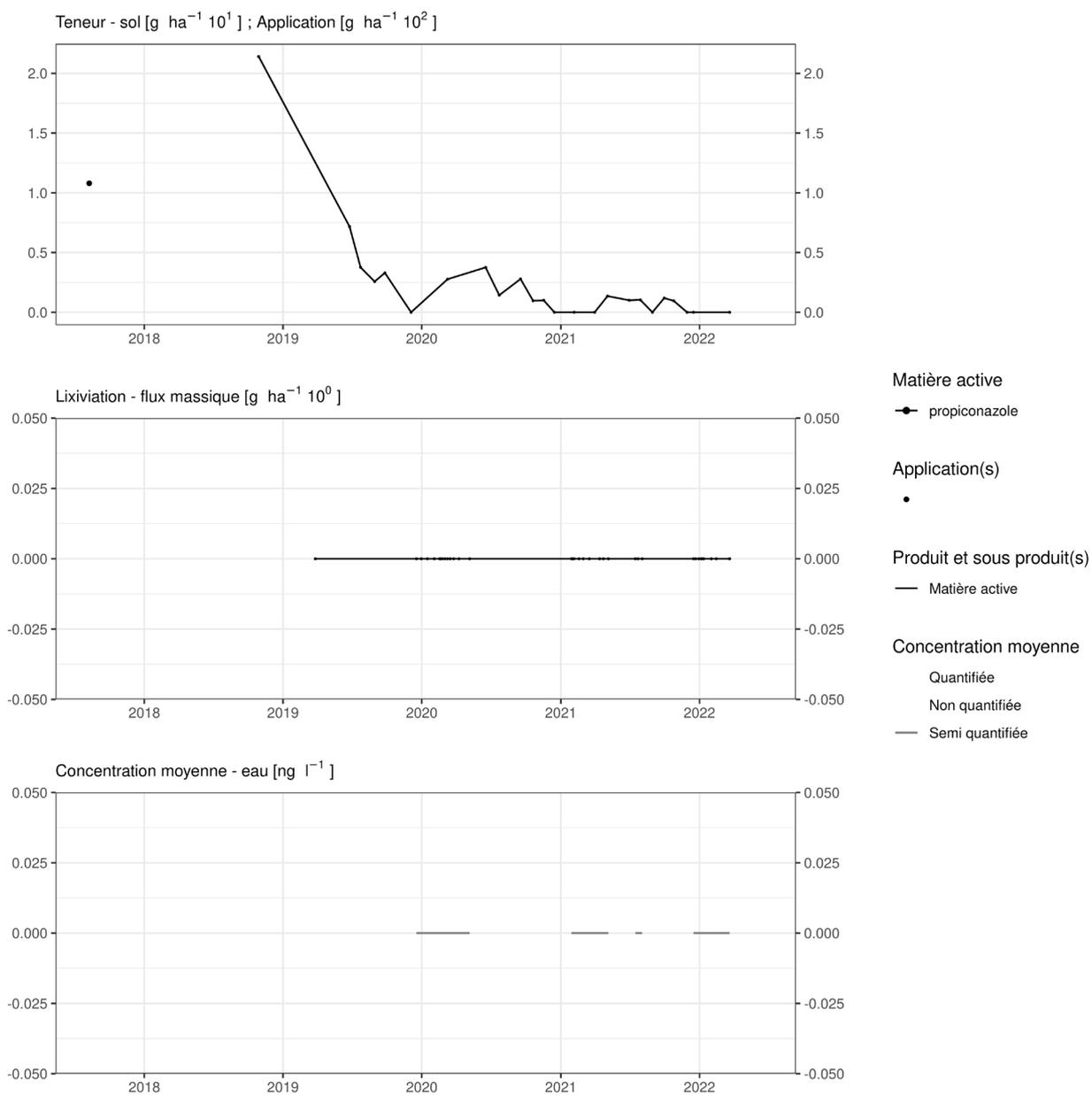
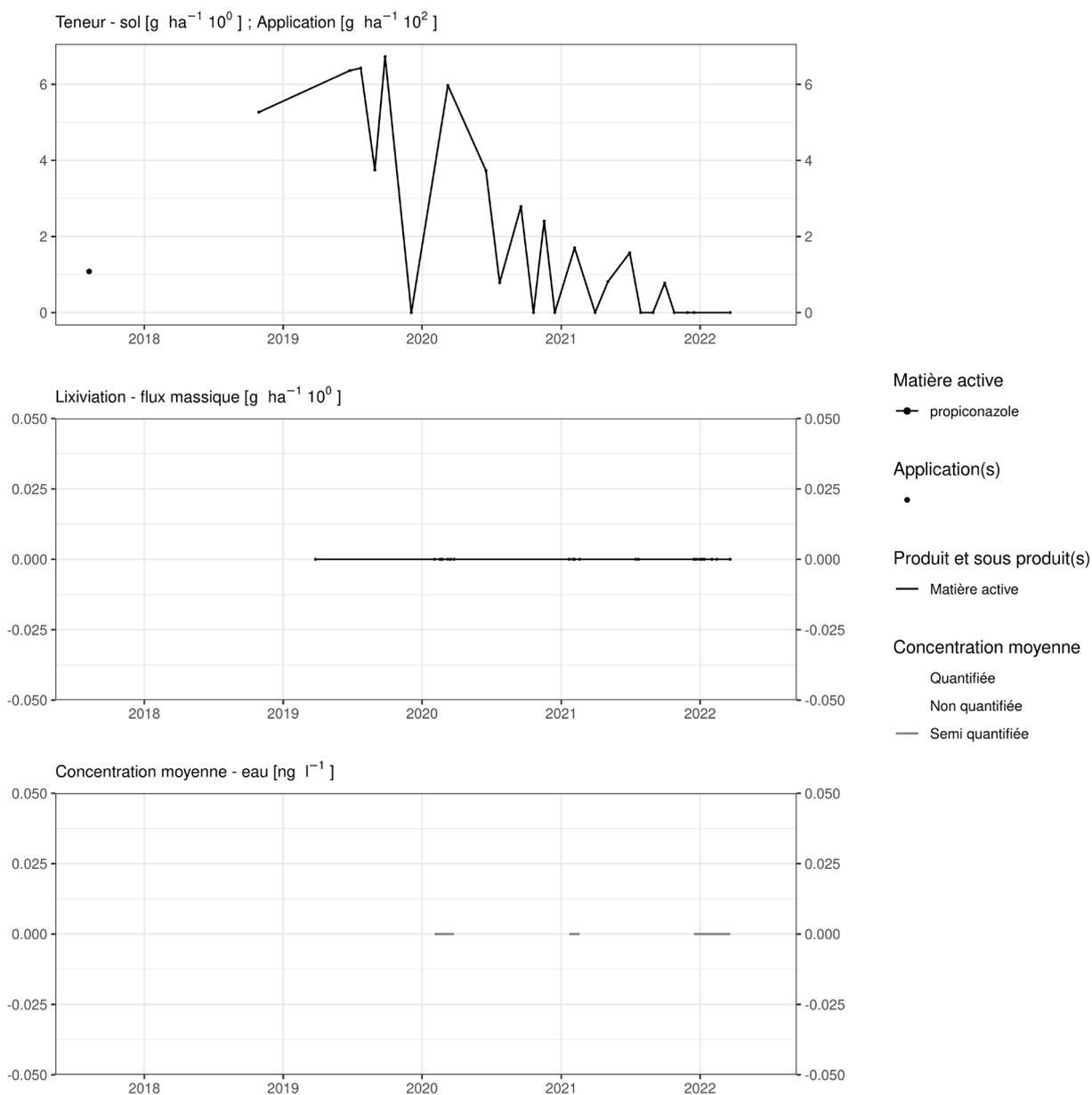


Figure 272. Applications et suivi de la teneur en propiconazole dans la parcelle SR12.



**Figure 273. Applications et suivi de la teneur en propiconazole dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.51 Prosulfocarbe

Le prosulfocarbe est un herbicide utilisé sur culture de pomme de terre ou de carotte dans des parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

La matière active n'a été recherchée qu'à partir de mai 2022 avec une LOQ de  $0.5 \mu\text{g.kg}^{-1}$ . Son temps de demi-vie dans le sol est de 9.8 jours.

Deux ans après un traitement, les observations (figure 274 et figure 276) sont les suivantes :

- sur la parcelle Bovenistier, un apport de  $320 \text{ g.ha}^{-1}$  au printemps 2020 conduit à une concentration dans le sol de l'ordre de  $5 \text{ g.ha}^{-1}$  en 2022 ;
- sur la parcelle Sole 4, un apport de  $2.400 \text{ g.ha}^{-1}$  au printemps 2020 conduit à une concentration dans le sol de l'ordre de  $10 \text{ g.ha}^{-1}$  en 2022.

Six ans après un traitement, la matière active n'est plus observée dans le sol (figure 275).

### **EAU**

Cette matière active est suivie dans l'eau depuis 2018 avec une LOQ de  $0.02 \mu\text{g.L}^{-1}$  puis à partir de mai 2022 de  $0.05 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice de lixiviation GUS est de 0.76.

Elle a été détectée à une concentration inférieure à la LOQ à une reprise sur les parcelles Bovenistier et Haute Bova en janvier 2024.

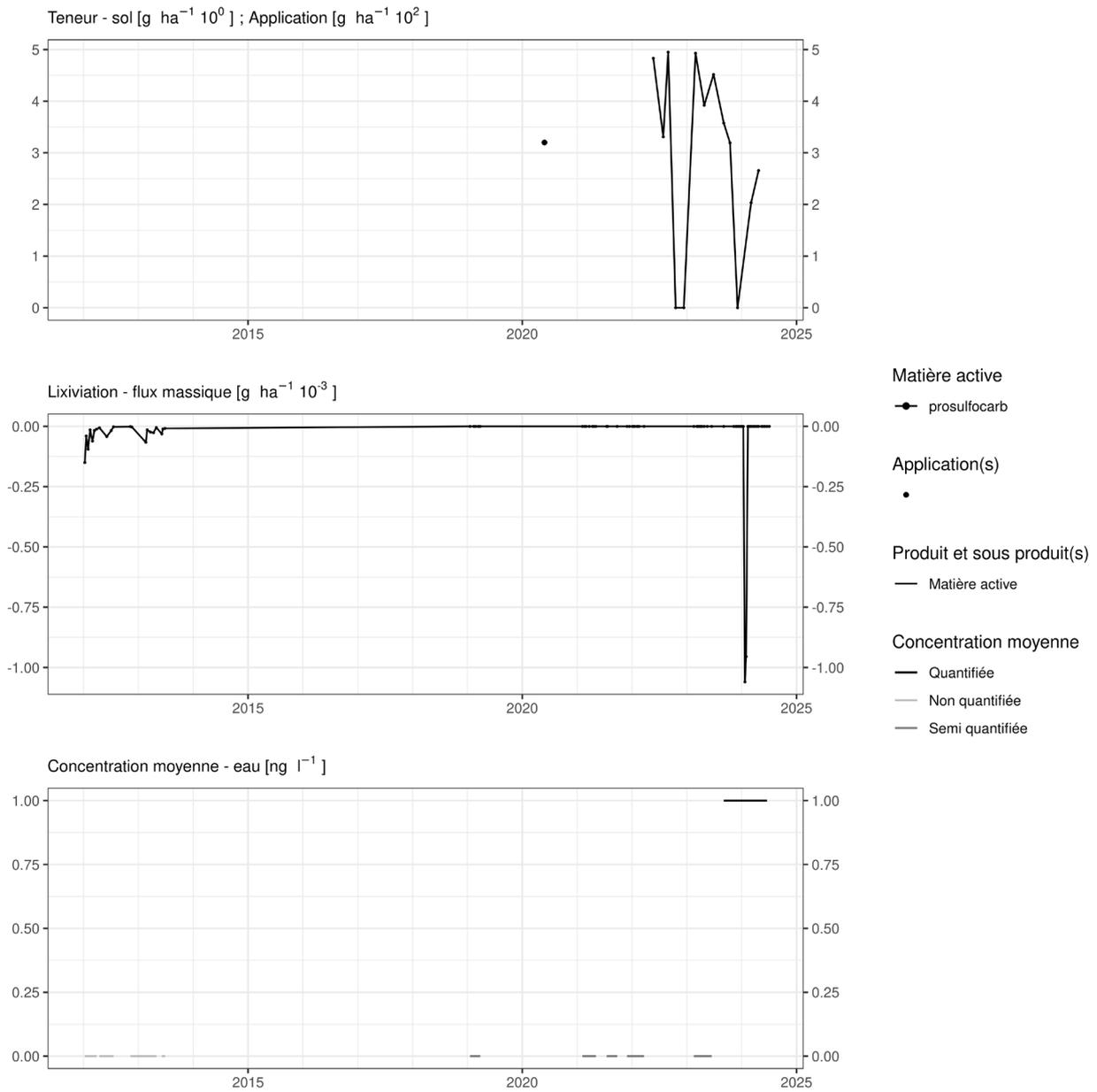


Figure 274. Applications et suivi de la teneur en prosulfocarbe dans la parcelle Bovenistier.

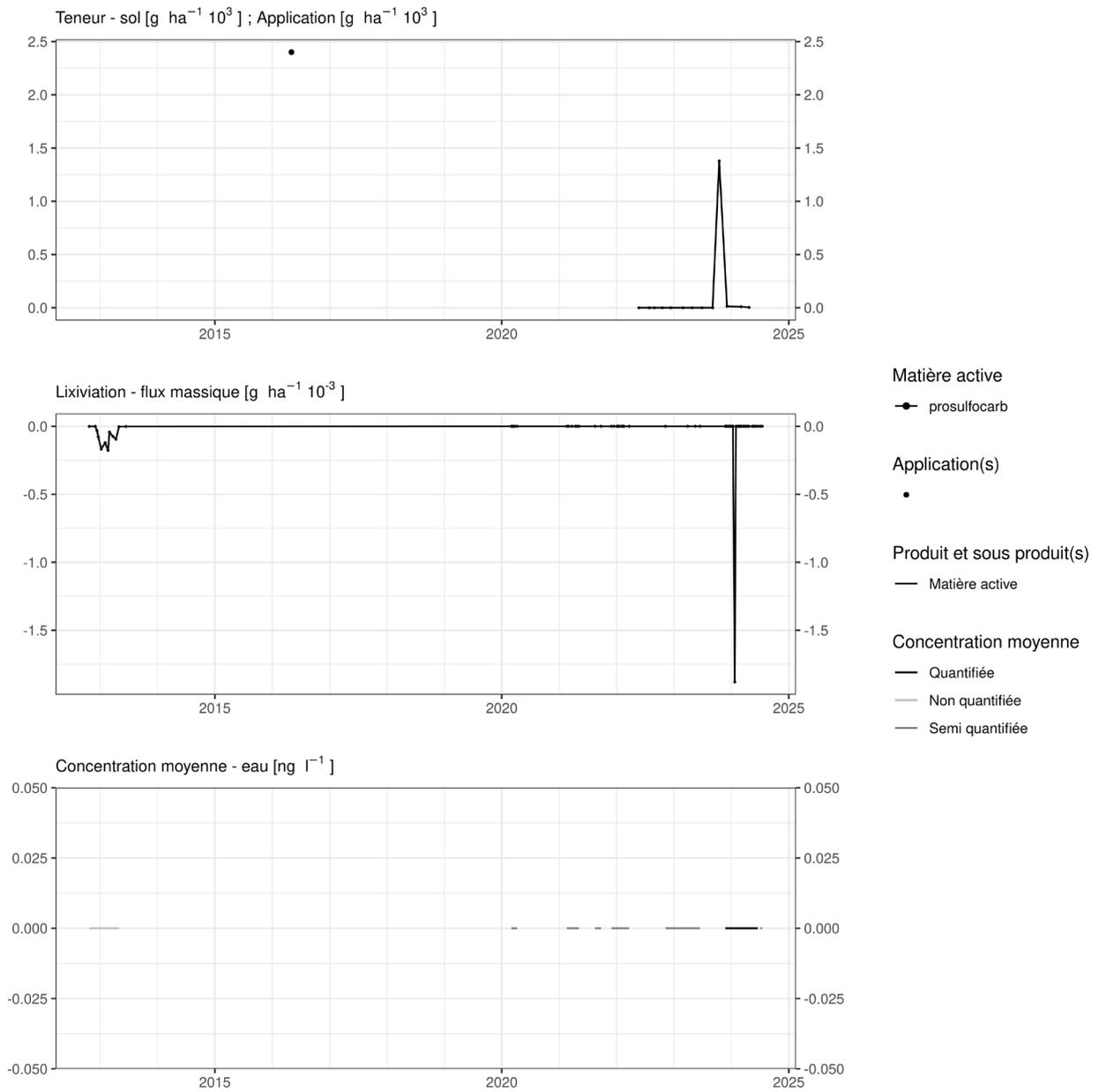
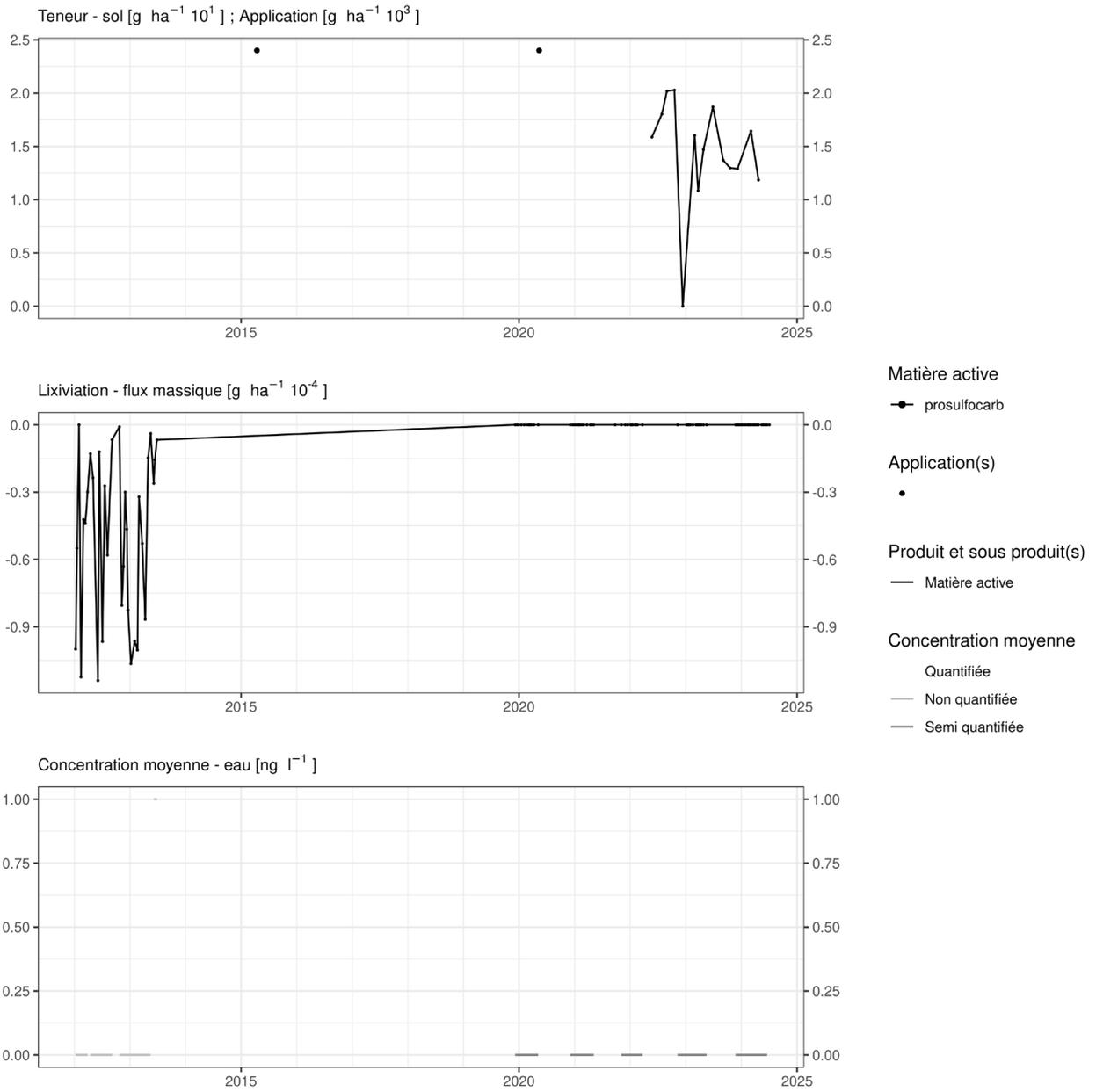


Figure 275. Applications et suivi de la teneur en prosulfocarbe dans la parcelle Haute Bova.



**Figure 276. Applications et suivi de la teneur en prosulfocarbe dans la parcelle Sole 4.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines.

La figure 277 illustre sa présence dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 551 ouvrages suivis, aucun ne présente une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil (100 ng.L<sup>-1</sup>) pour la matière active.

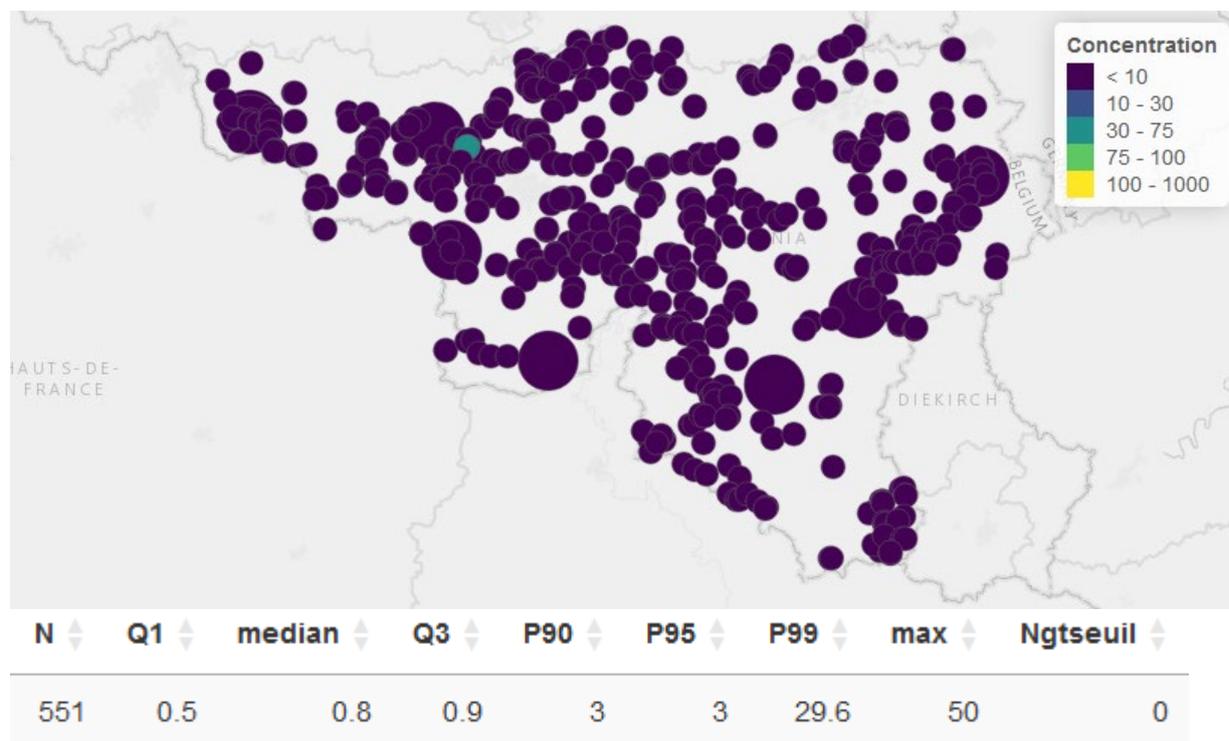


Figure 277. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en prosulfocarbe observées dans les eaux souterraines.

## 14.52 Pyraclostrobine

La pyraclostrobine est un fongicide utilisé en culture de betterave, pomme de terre, froment et poireau sur les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette matière active est suivie dans le sol depuis 2022 avec une LOQ de 0.5 µg.kg<sup>-1</sup>.

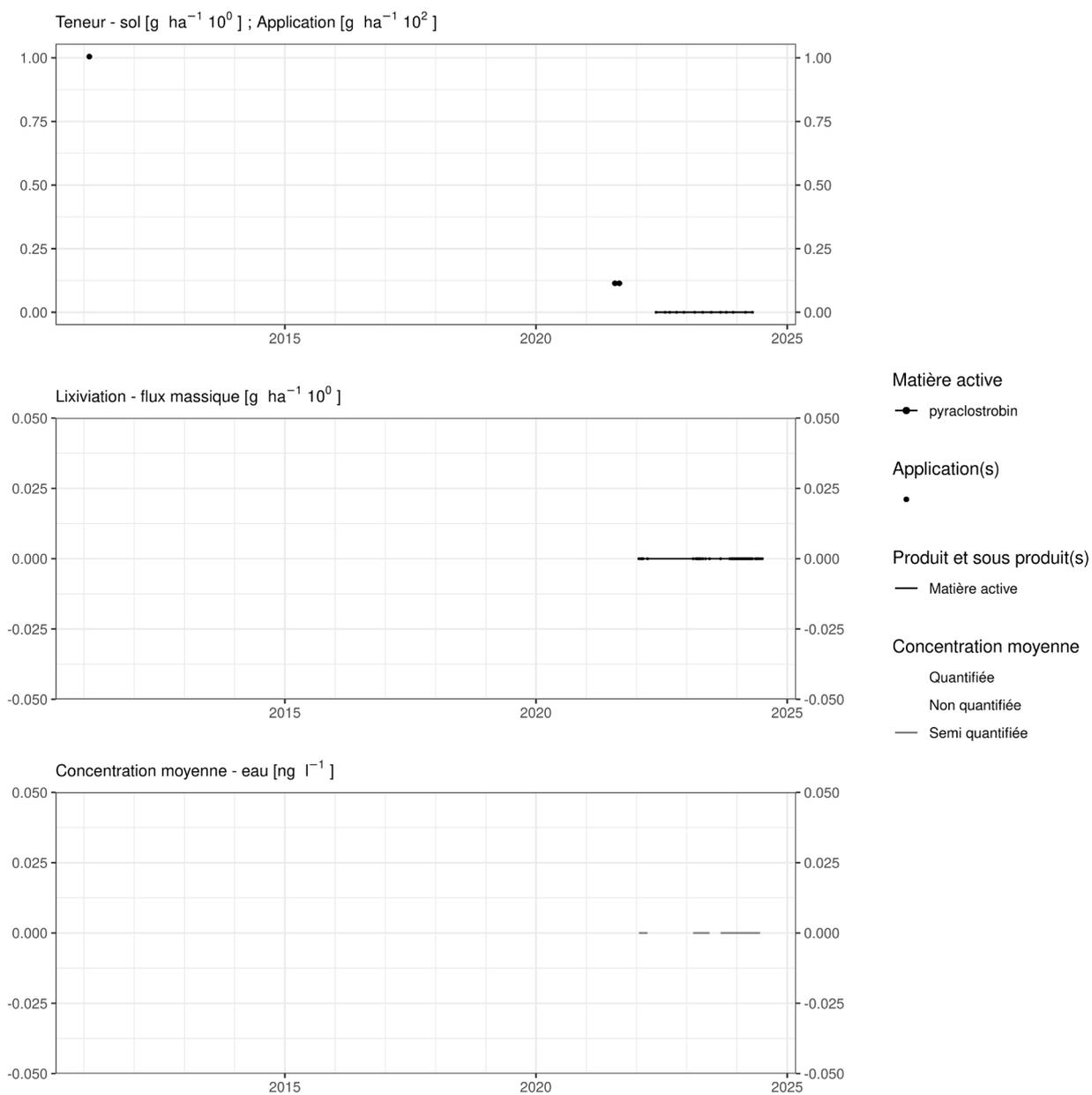
Quelques jours après un traitement, les observations réalisées sur Sol-Résidus indiquent une concentration dans le sol équivalente à l'apport réalisé (figure 281 à figure 284). Quelques semaines après ce traitement, la concentration dans le sol diminue d'un facteur 10.

Un an après un apport de 25 g.ha<sup>-1</sup>, la matière active n'est plus visible sur la parcelle Bovenistier (figure 278). Un constat similaire est réalisé sur la parcelle Sole 4 (figure 280).

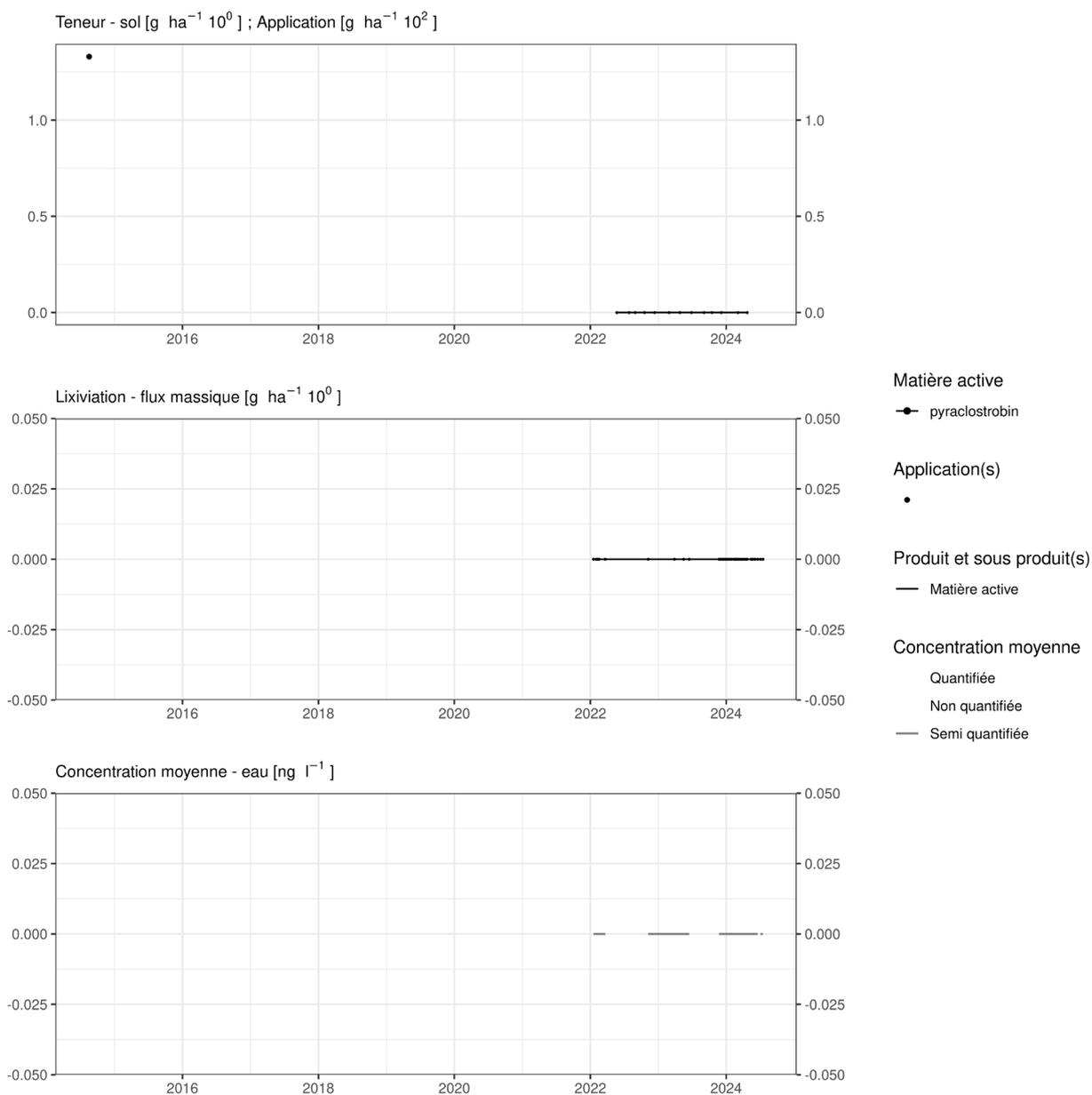
Huit ans après un traitement, la matière active n'est plus observée dans le sol de (figure 279).

### **EAU**

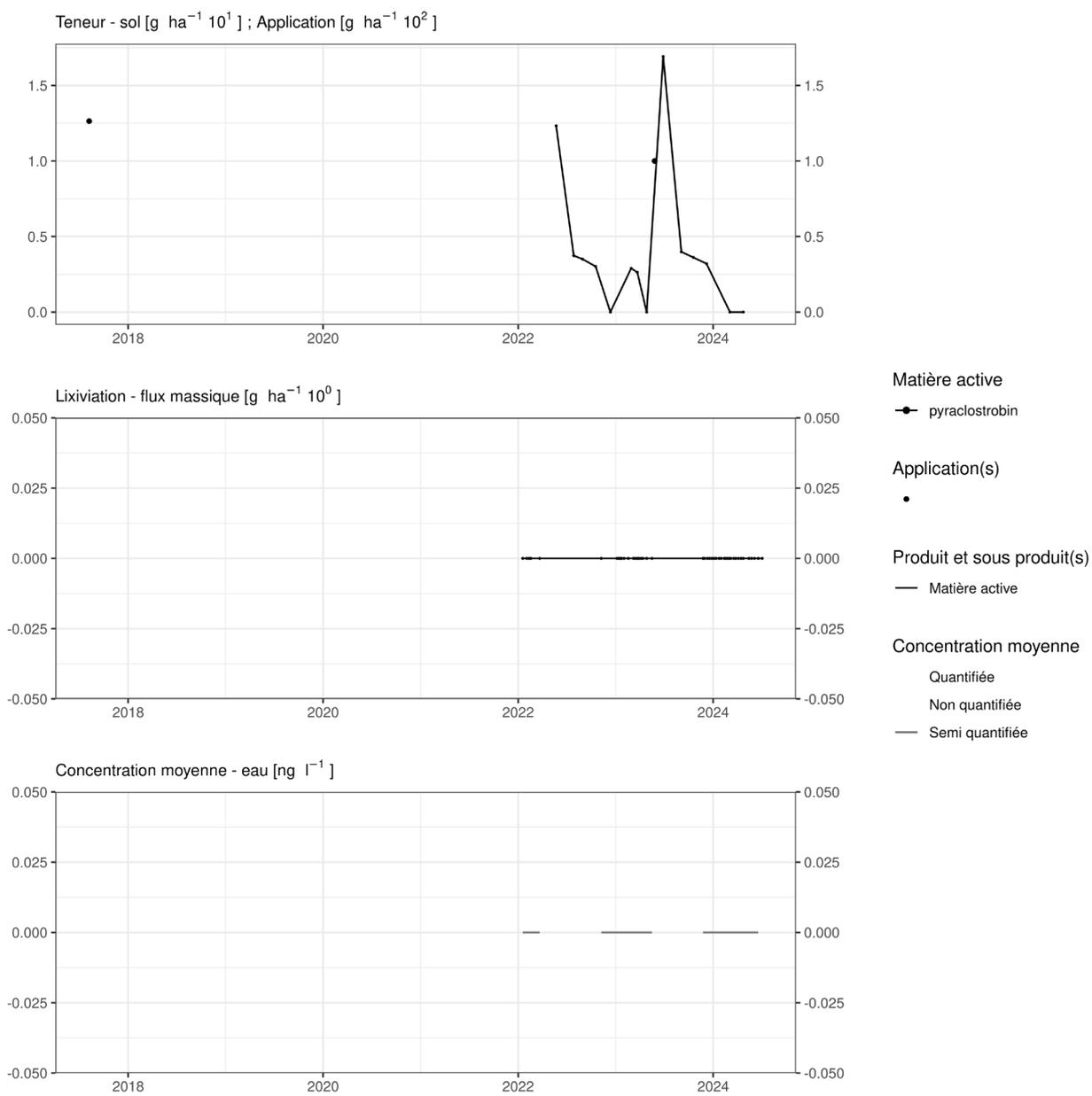
Cette matière active n'a jamais été détectée dans l'eau collectée à l'exutoire des lysimètres.



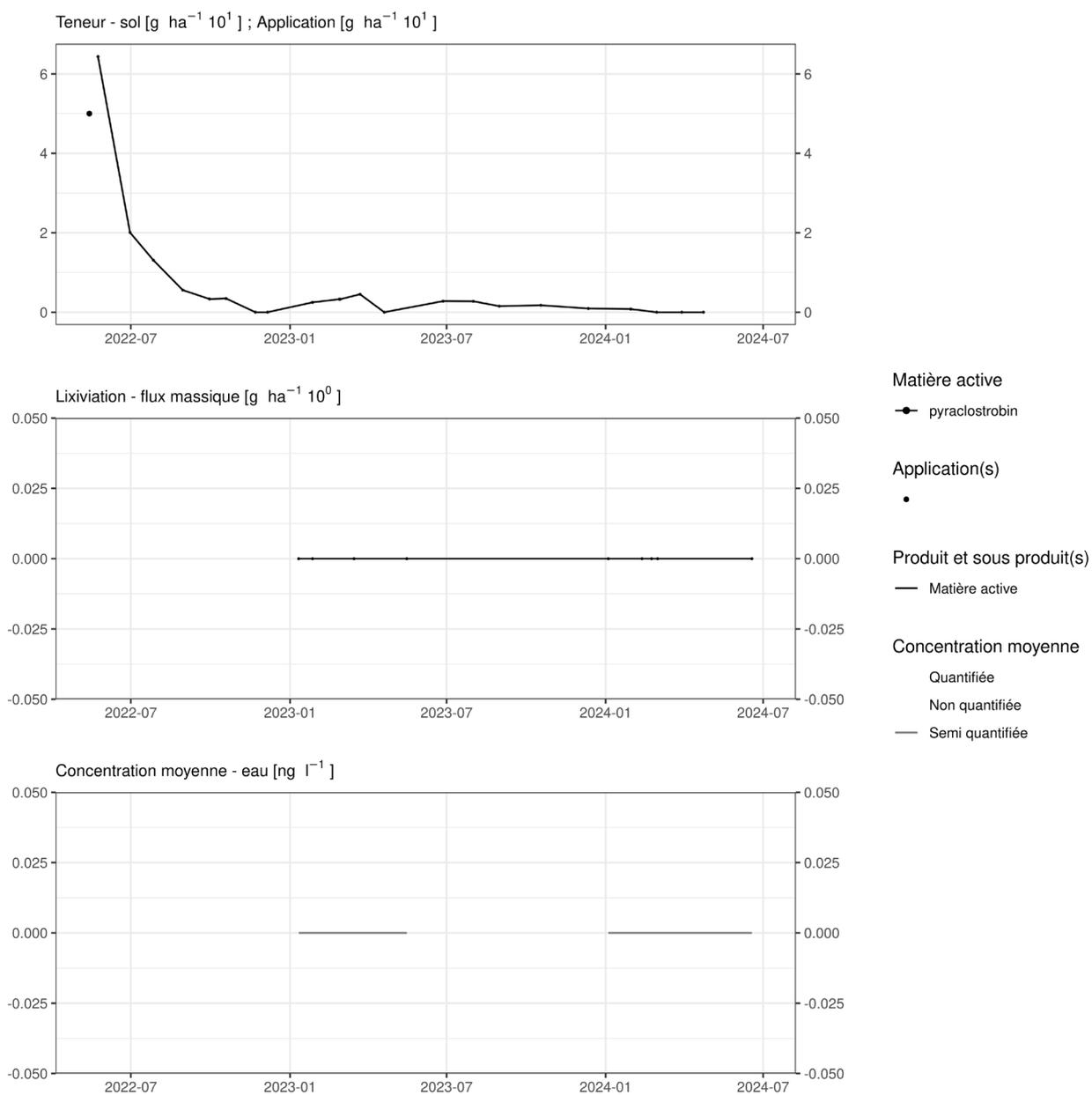
**Figure 278. Applications et suivi de la teneur en pyraclostrobine dans la parcelle Bovenistier.**



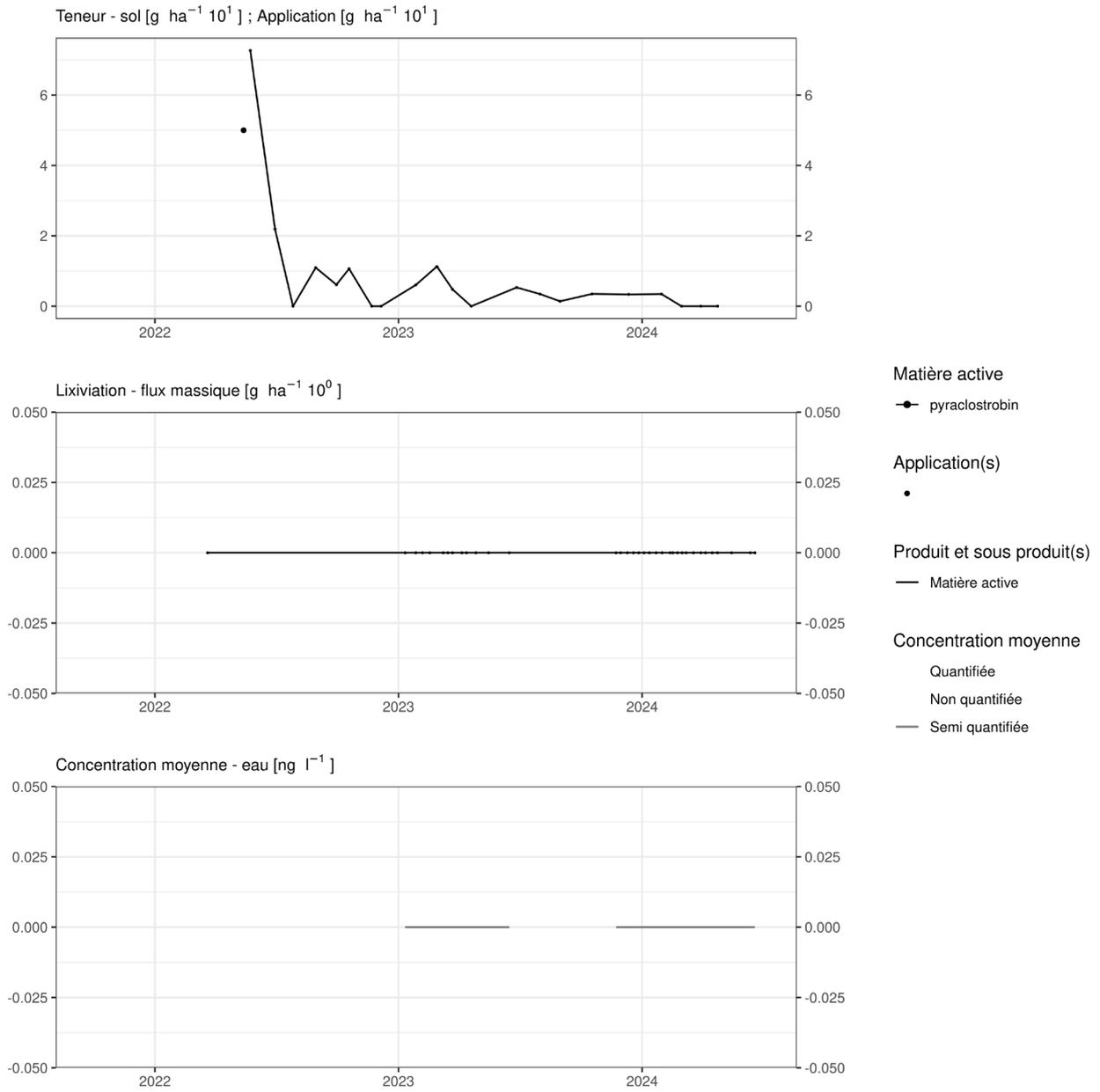
**Figure 279. Applications et suivi de la teneur en pyraclostrobine dans la parcelle Haute Bova.**



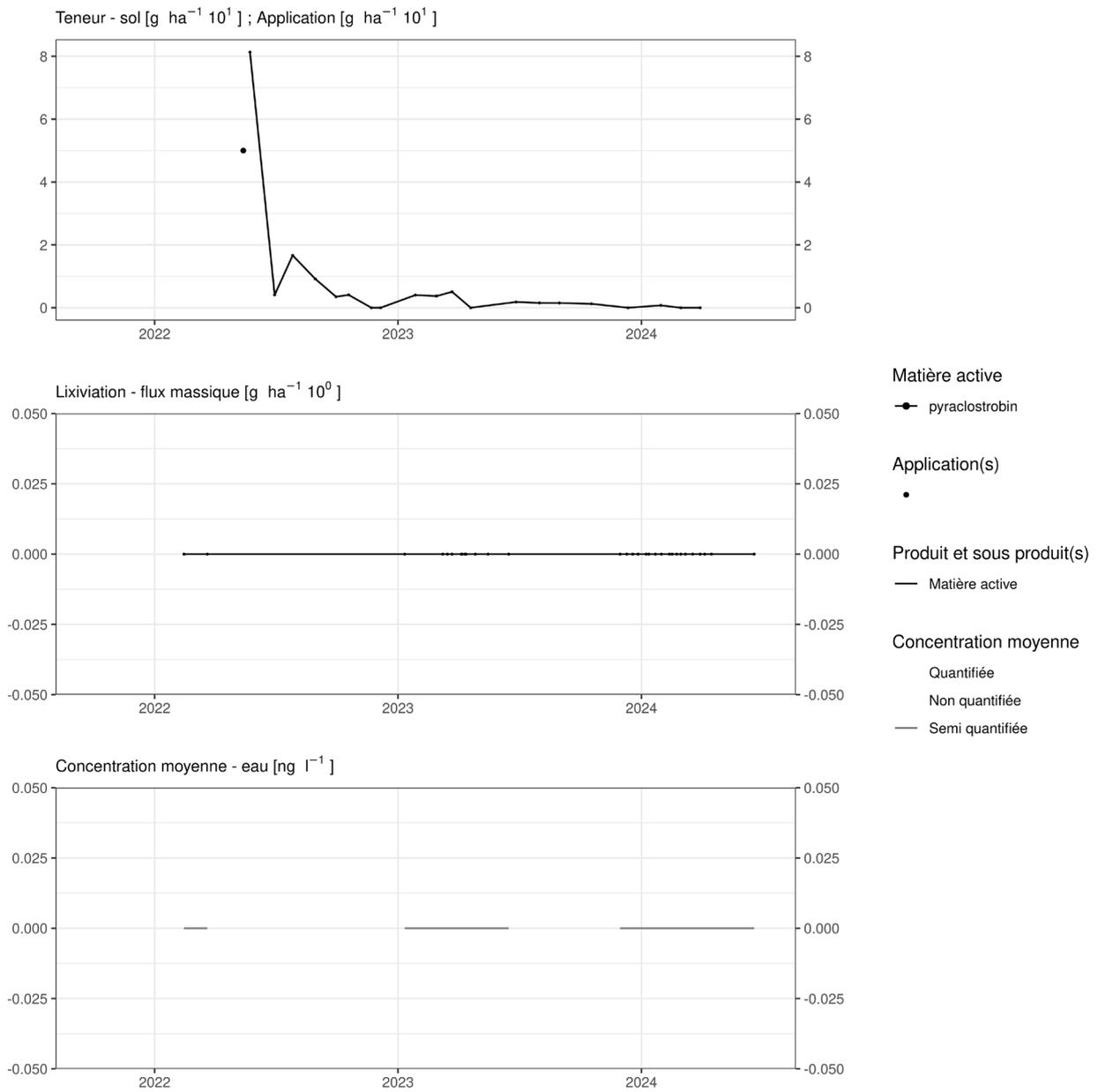
**Figure 280. Applications et suivi de la teneur en pyraclostrobine dans la parcelle Sole 4.**



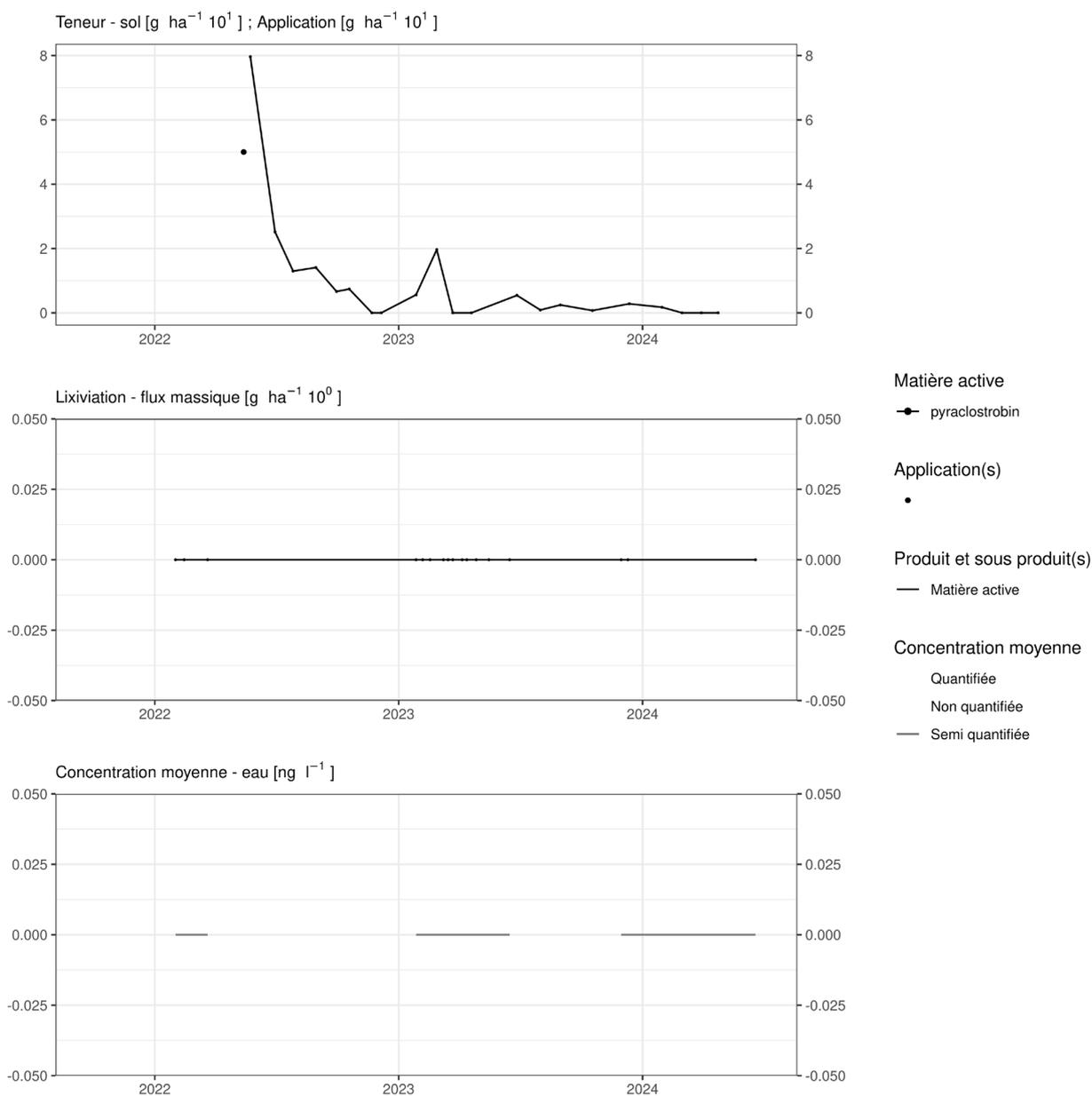
**Figure 281. Applications et suivi de la teneur en pyraclostrobine dans la parcelle SR4.**



**Figure 282. Applications et suivi de la teneur en pyraclostrobine dans la parcelle SR8.**



**Figure 283. Applications et suivi de la teneur en pyraclostrobine dans la parcelle SR12.**



**Figure 284. Applications et suivi de la teneur en pyraclostrobine dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.53 Pyraflufen ethyl

Le pyraflufen ethyl est un herbicide utilisé pour la culture de pomme de terre ou de froment ou un défanant également utilisé en culture de pomme de terre.

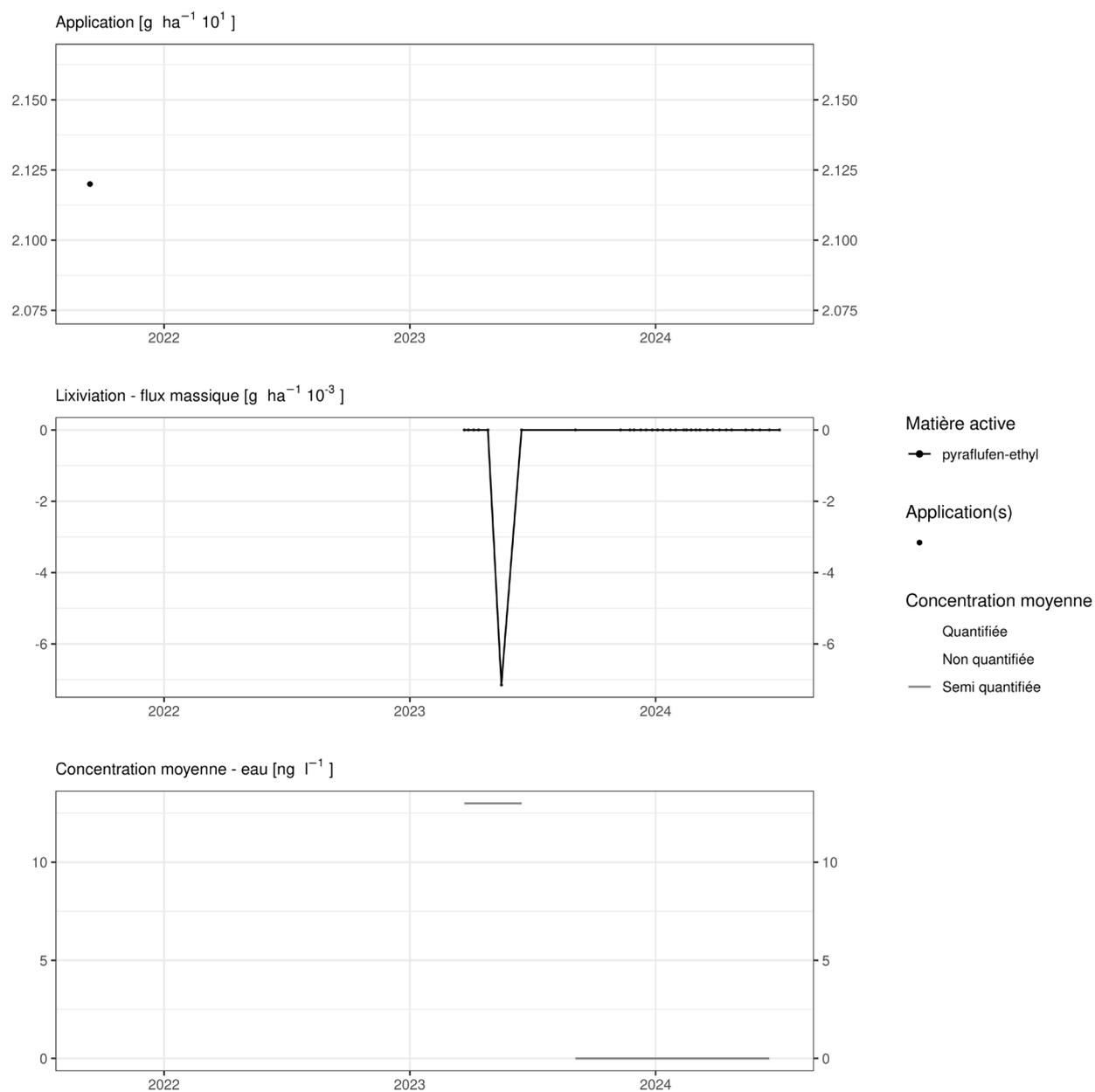
### **SOL**

Appliqué sur les parcelles de Sol-Résidus (figure 286 à figure 289) à un peu plus de 20 g.ha<sup>-1</sup> lors d'une expérimentation de désherbage, il n'a pas été détecté dans les échantillons de sol prélevés quelques jours après l'apport. Sa LOQ dans le sol est de 0.5 µg.kg<sup>-1</sup>.

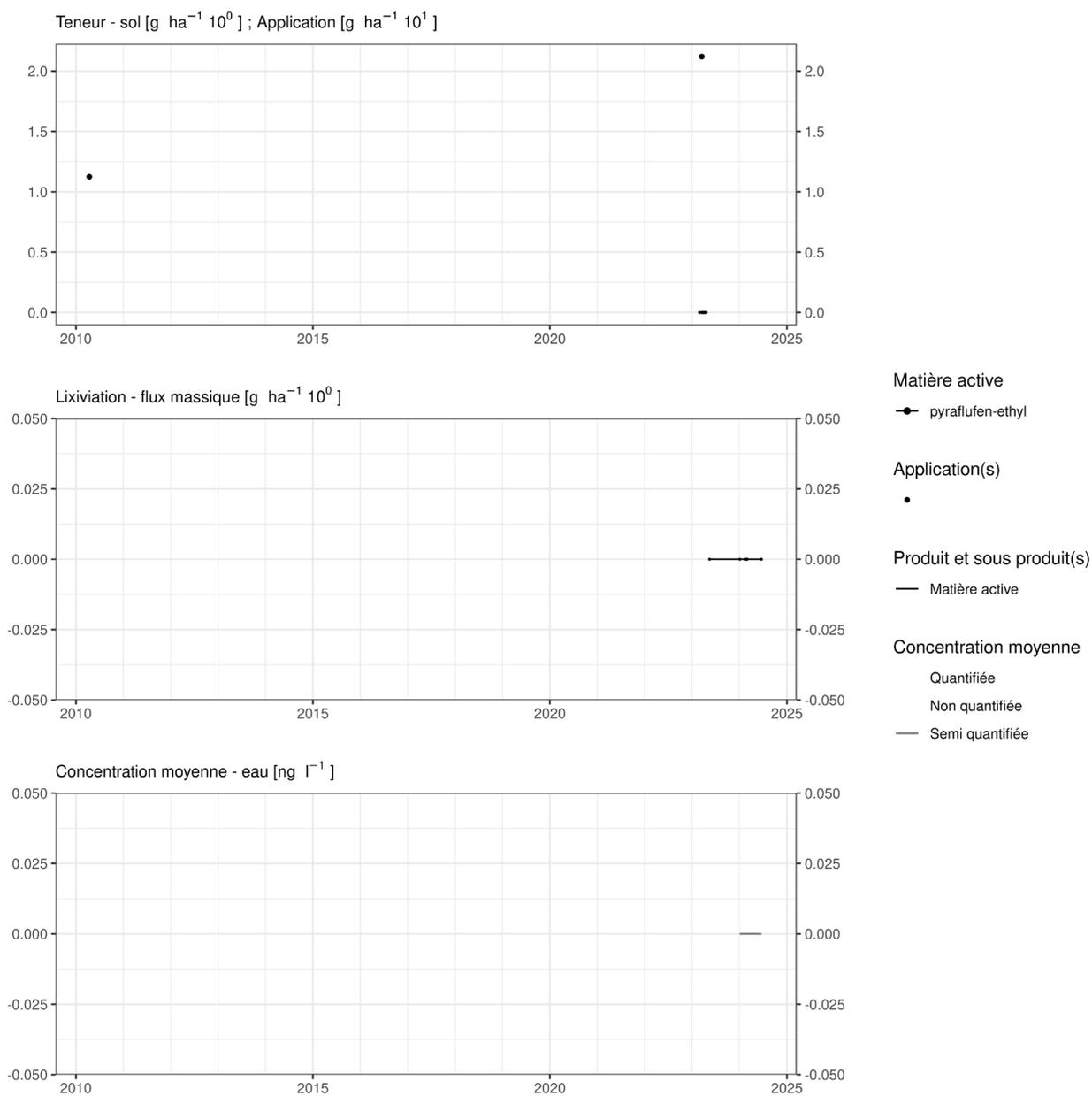
### **EAU**

Cette matière active est suivie dans l'eau depuis le printemps 2023 avec une LOQ de 0.05 µg.L<sup>-1</sup>.

A l'exception d'un échantillon d'eau prélevé à l'exutoire de la parcelle Bovenistier (figure 285), il n'a jamais observé dans l'eau récoltée à l'exutoire des lysimètre. Ce flux de quelques millièmes de g.ha<sup>-1</sup> a engendré une concentration moyenne d'une quinzaine de ng.L<sup>-1</sup> lors de la période de percolation 2022-2023.



**Figure 285. Applications et suivi de la teneur en pyraflufen ethyl dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 286. Applications et suivi de la teneur en pyraflufen ethyl dans la parcelle SR4.**

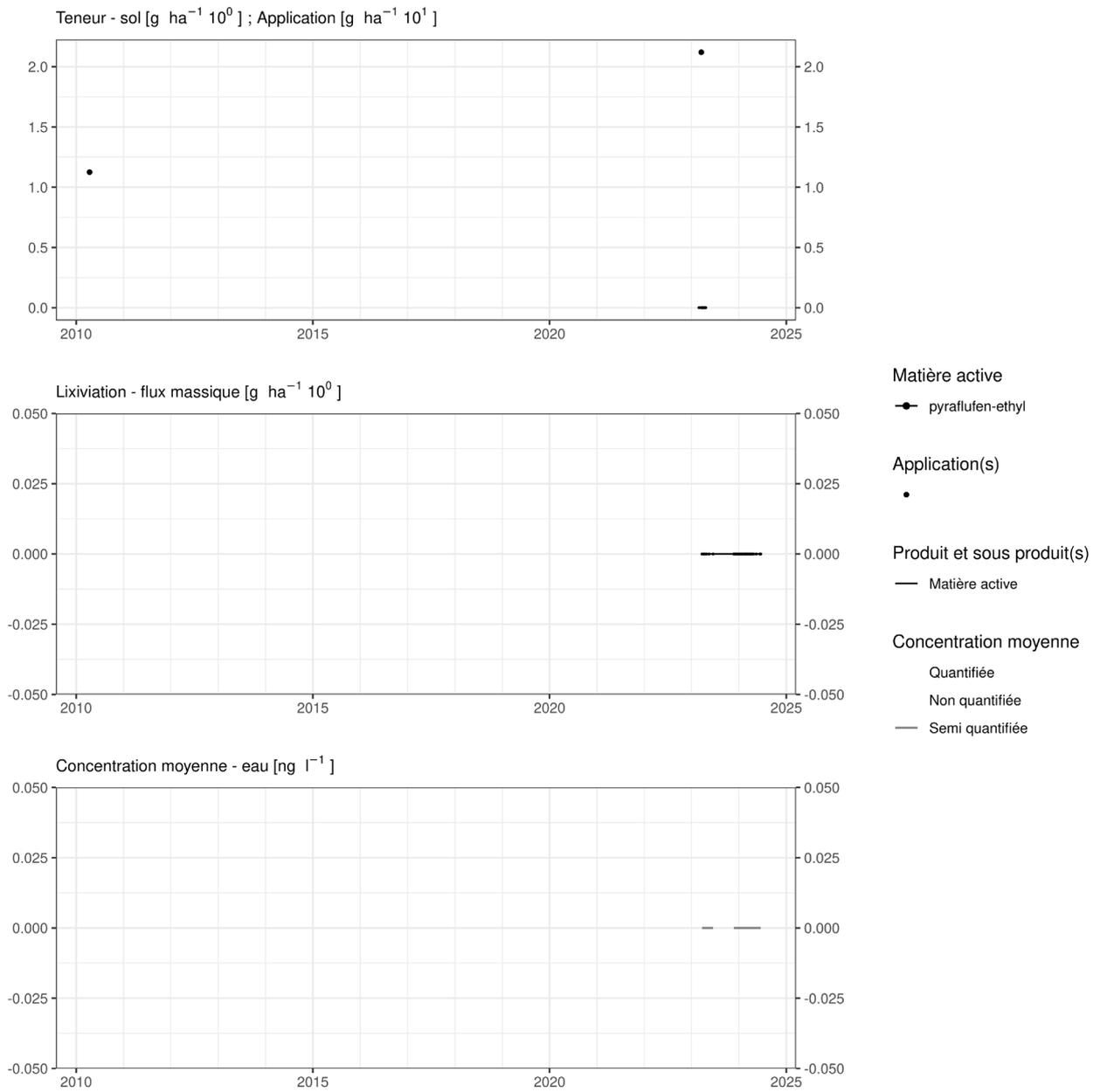


Figure 287. Applications et suivi de la teneur en pyraflufen ethyl dans la parcelle SR8.

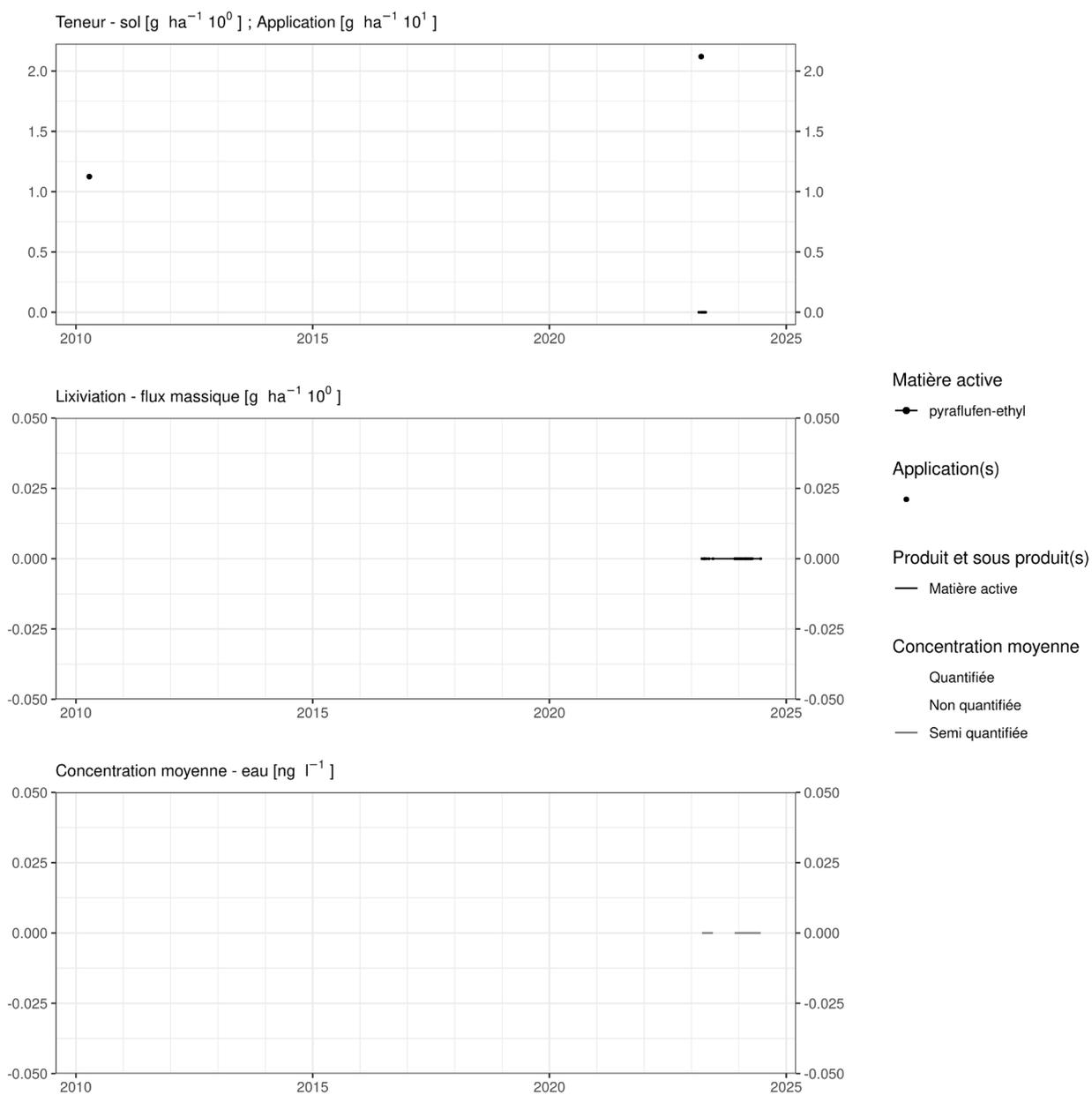
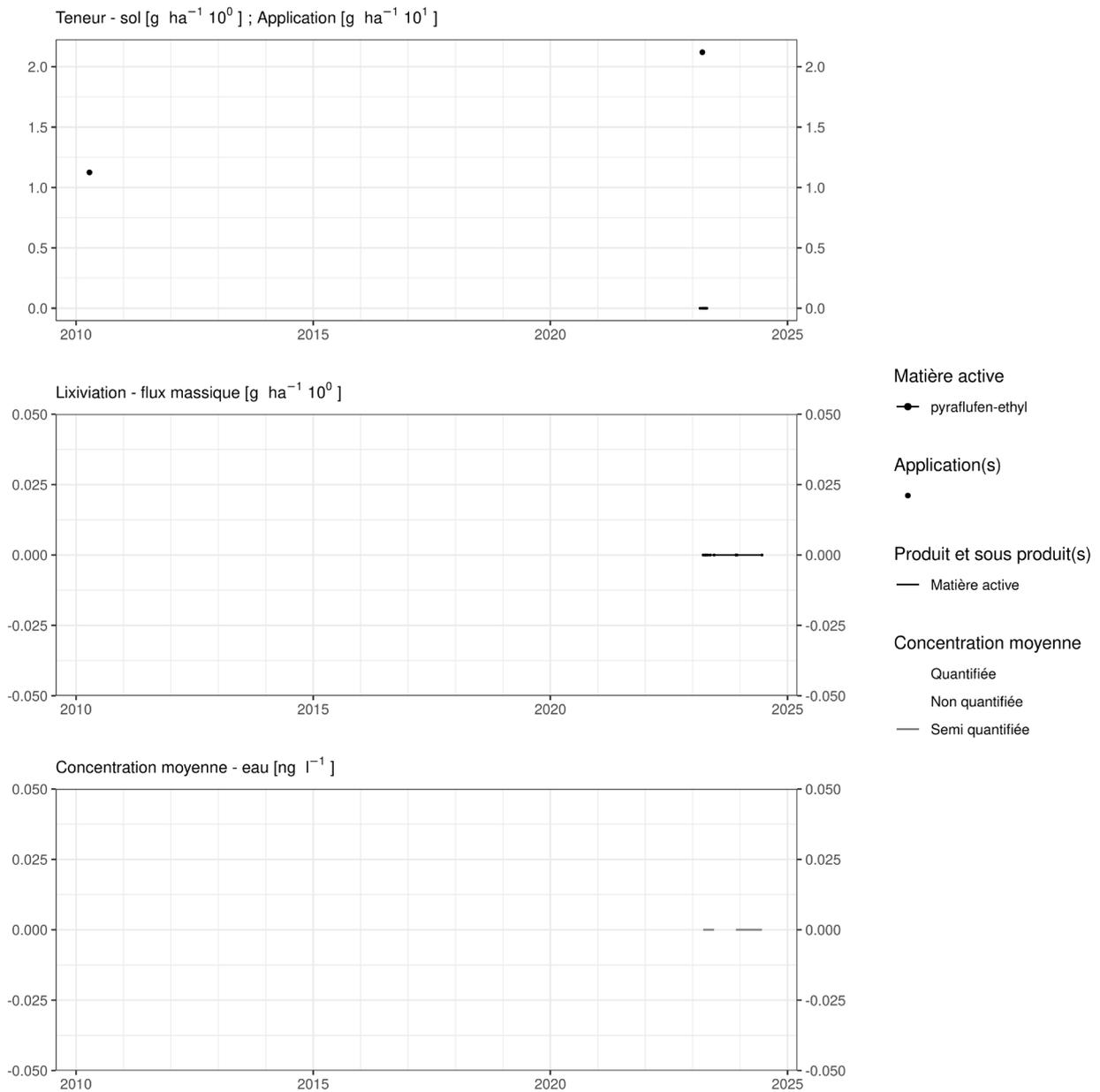


Figure 288. Applications et suivi de la teneur en pyraflufen ethyl dans la parcelle SR12.



**Figure 289. Applications et suivi de la teneur en pyraflufen ethyl dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

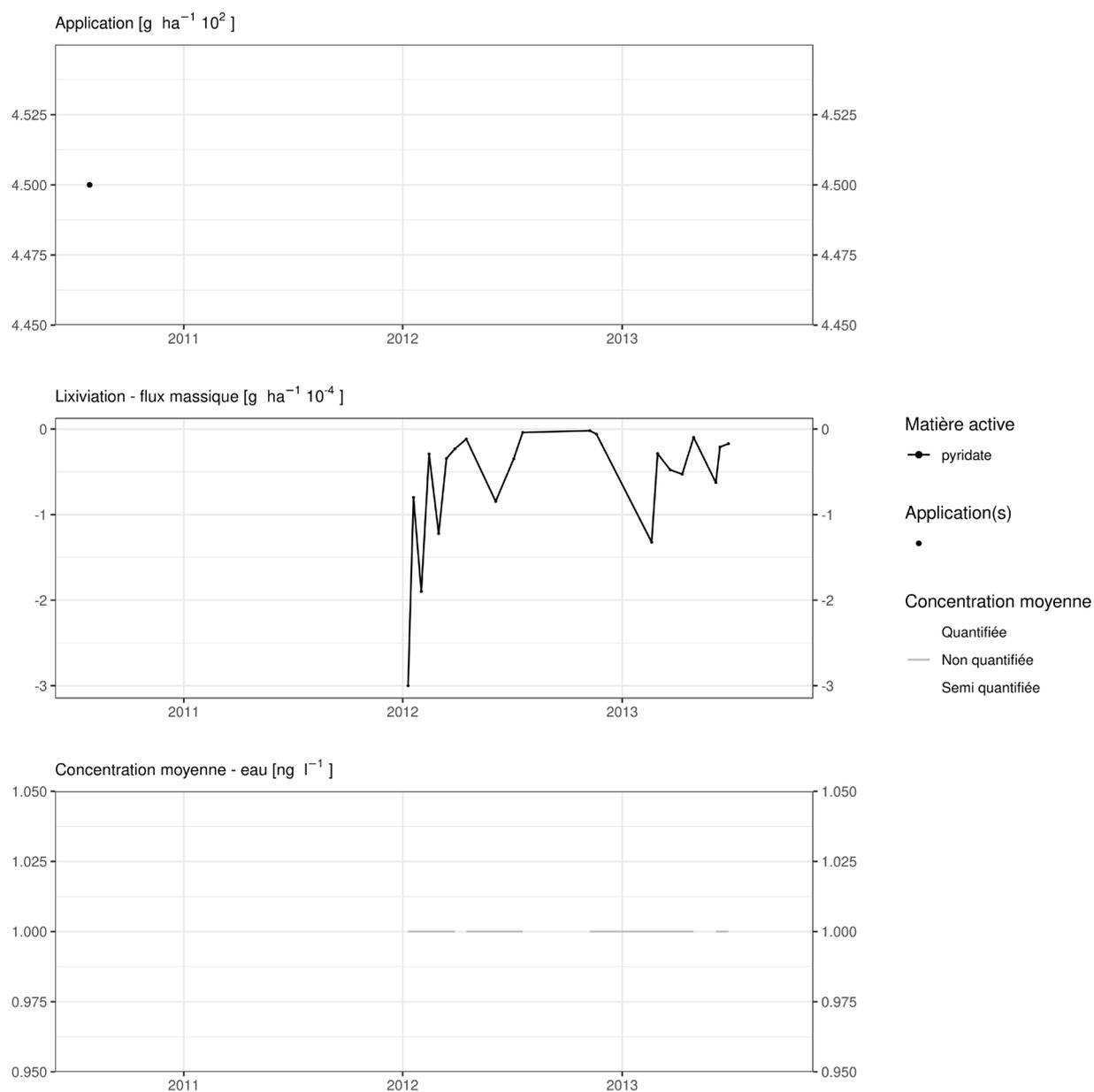
Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.54 Pyridate

Le pyridate est un insecticide utilisé pour la culture du poireau dans une parcelle équipée d'un lysimètre.

Cette matière active n'a jamais été suivie dans le sol.

L'analyse (par la SWDE) d'échantillons d'eau collectés entre 2012 et 2013 révèlent des flux massiques de l'ordre de quelques millièmes de  $\text{g}\cdot\text{ha}^{-1}$ . Ces flux ont engendré une concentration estimée à  $1 \text{ ng}\cdot\text{L}^{-1}$  (inférieure à la LOQ).



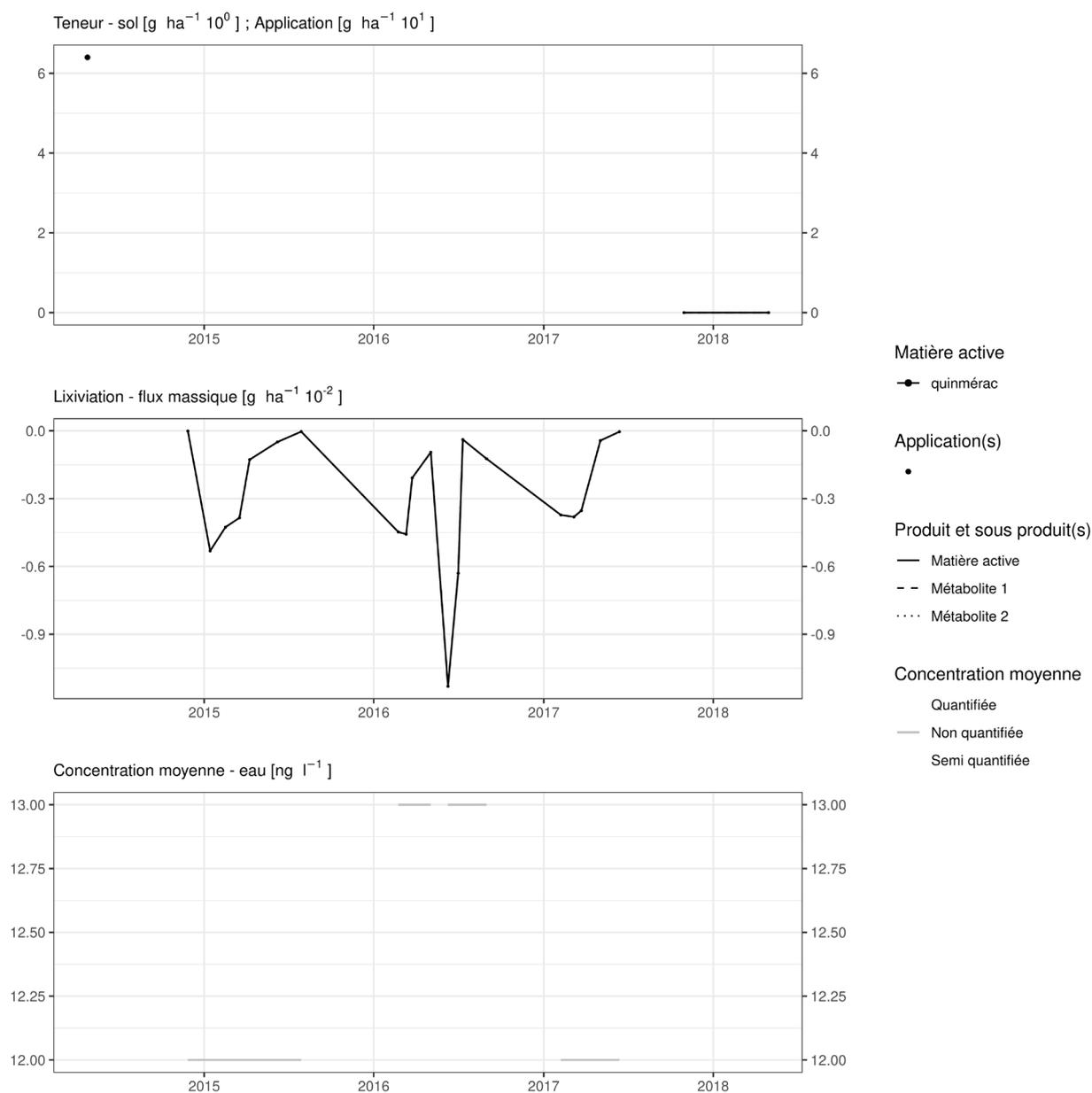
**Figure 290. Applications et suivi de la teneur en pyridate dans la parcelle Bovenistier.**

## 14.55 Quinmerac

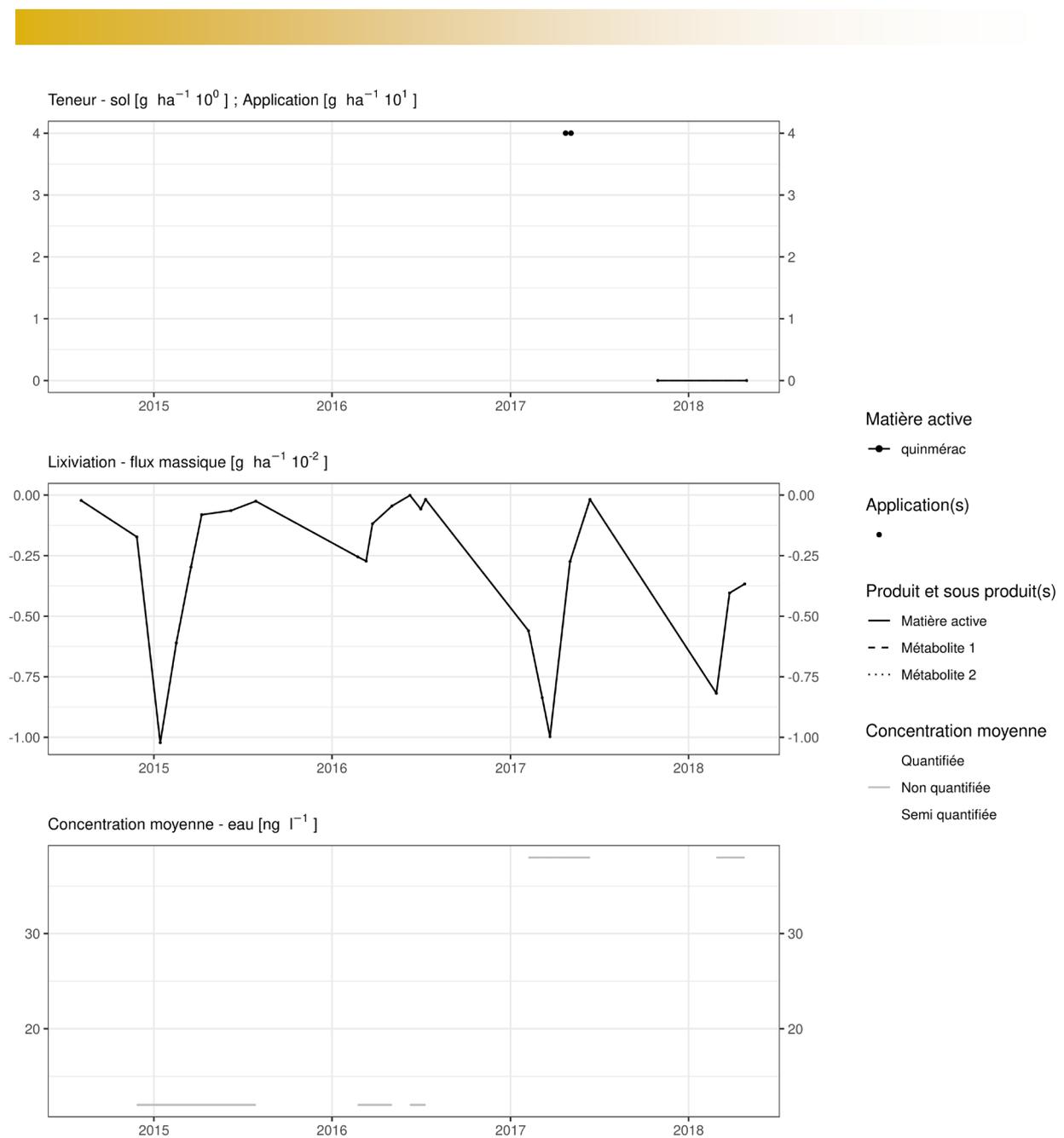
Le quinmerac est un herbicide utilisé pour la culture de betterave et de colza dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

Cette matière active n'a pas été suivie dans le sol.

Détectée (par l'ISSEP) mais non quantifiée dans des échantillons d'eau entre 2015 et 2018 sur les parcelle Haute Bova (figure 291) et Sole 4 (figure 292), elle a conduit à une concentration moyenne estimée (car toujours inférieure à la LOQ) entre 10 et 40 ng.L<sup>-1</sup>.



**Figure 291. Applications et suivi de la teneur en quinmerac dans la parcelle Haute Bova.**



**Figure 292. Applications et suivi de la teneur en quinmerac dans la parcelle Sole 4.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.56 Sulfoxaflor

Le sulfoxaflor est un insecticide qui a été utilisé sur la parcelle Chemin de fer en culture de fève de marais.

### **SOL**

Cette matière active est suivie dans le sol depuis mai 2022 avec une LOQ de 2.5  $\mu\text{g.kg}^{-1}$ . Son temps de demi-vie est très court puisqu'il est de 3.54 jours dans le sol. Son métabolite principal, le XDE-208 Urea, est également suivi depuis le même moment avec une LOQ de 1  $\mu\text{g.kg}^{-1}$ . Le temps de demi-vie de ce métabolite est de 76.6 jours dans le sol.

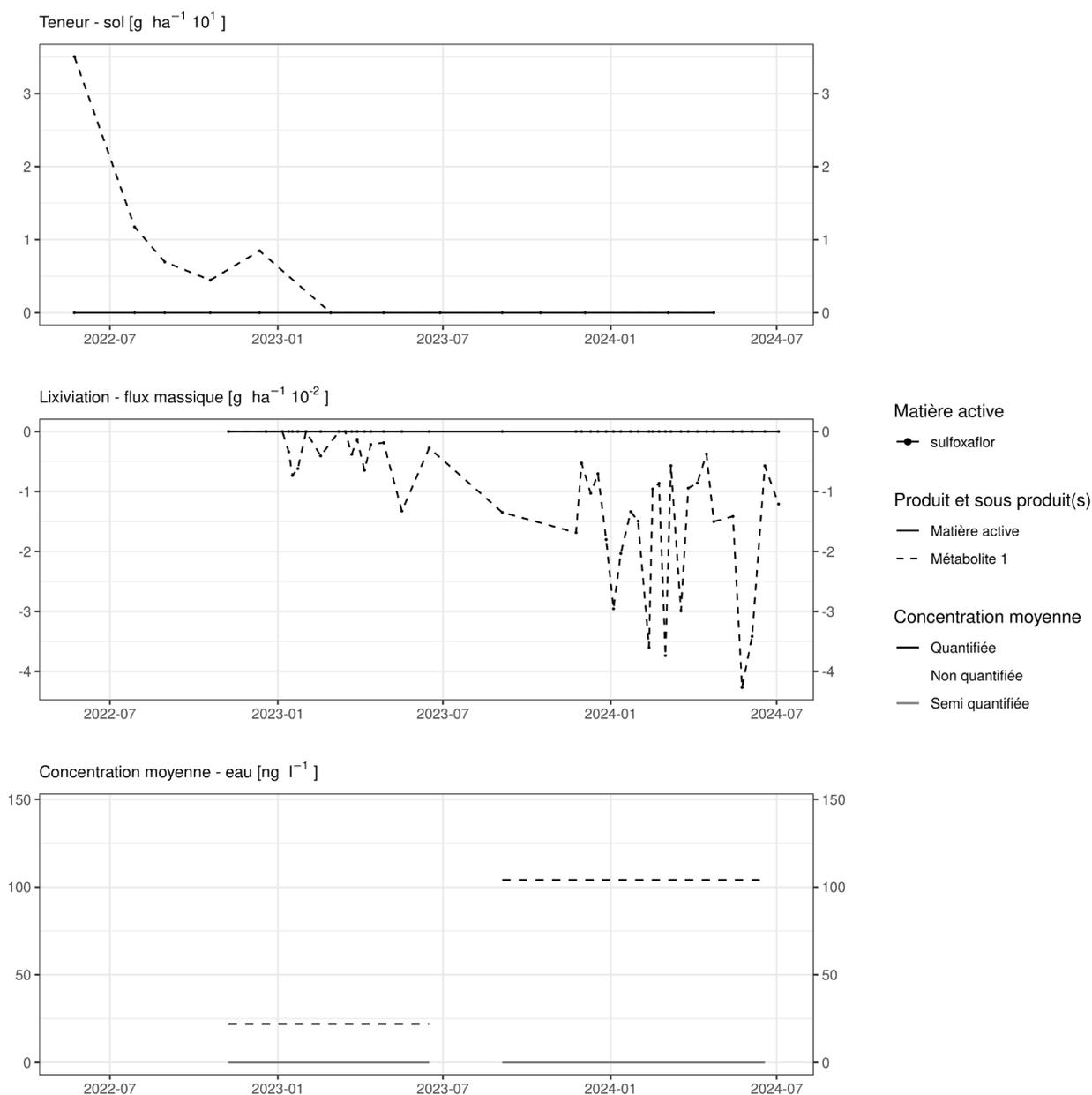
Un apport de 120  $\text{g.ha}^{-1}$  de matière active a été réalisé le 2 mai 2022. Les observations suivantes ont été réalisées dans le sol (figure 293) :

- la matière active n'a pas été observée.
- le métabolite (XDE-208 UREA) de cette matière active a été observé dans le sol quelques jours après l'apport en une concentration équivalente au tiers de l'apport initial. Cette concentration a diminué au cours du temps pour ne plus être quantifiable un peu moins d'un an après le traitement.

### **EAU**

Cette matière active et son métabolite sont suivis dans l'eau depuis mai 2022 avec des LOQ de respectivement 2 et 0.1  $\mu\text{g.L}^{-1}$ . La limite de quantification du sulfoxaflor dans l'eau est beaucoup trop élevée et il serait nécessaire de développer une autre méthode pour le suivi de cette molécule qui toutefois a un indice GUS faible de 1.35.

Il est par contre possible de suivre son métabolite qui a un indice de lixiviation GUS beaucoup plus élevé de 4.75. Il a été détecté dans tous les échantillons d'eau de la parcelle Chemin de fer depuis janvier 2023 dans des concentrations moyennes de 25  $\text{ng.L}^{-1}$  pour la période de percolation 2022-2023 et 100  $\text{ng.L}^{-1}$  pour la période de percolation 2023-2024.



**Figure 293. Applications et suivi de la teneur en sulfoxaflor dans la parcelle Chemin de fer**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.57 Tebuconazole

Le tebuconazole est un fongicide utilisé pour la culture de froment ou du poireau dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

Cette matière active n'est plus suivie depuis 2018 dans le sol et l'eau.

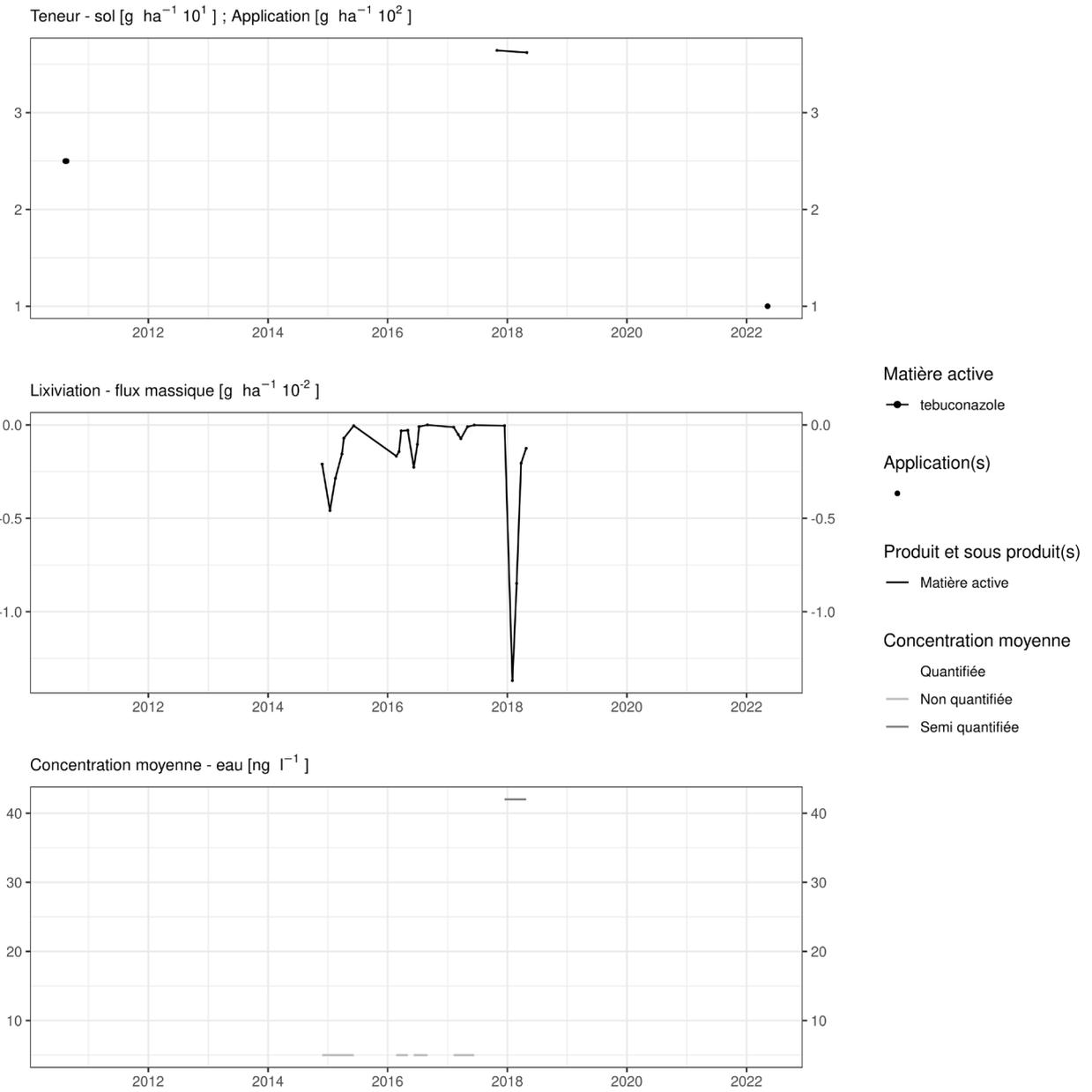
### **SOL**

Quatre échantillons de sol analysés début 2018 ont révélé la présence de cette matière active :

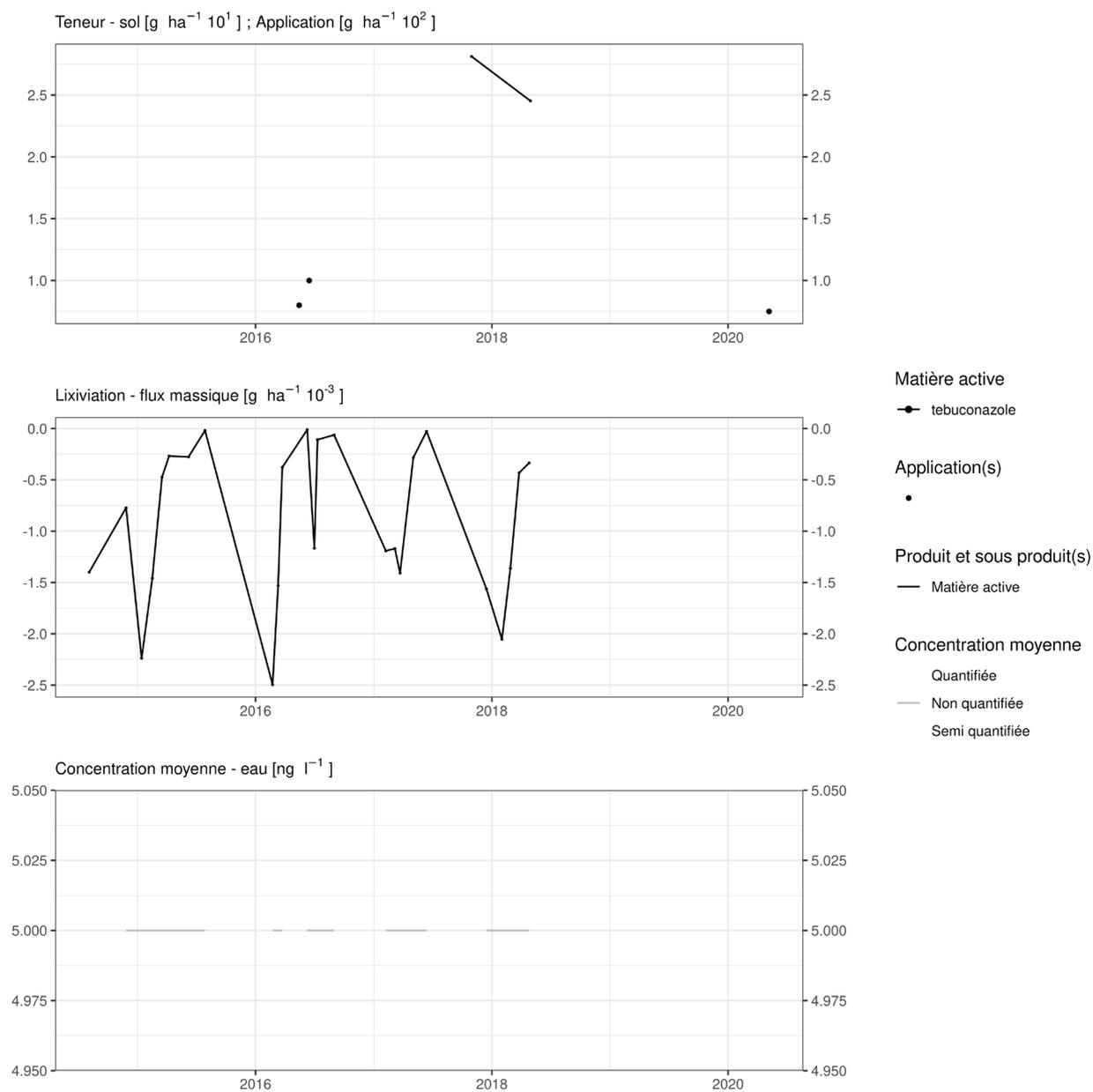
- sur la parcelle Bovenistier (figure 294), un apport de 250 g.ha<sup>-1</sup> réalisé en 2010 laisse une concentration dans le sol de l'ordre de 40 g.ha<sup>-1</sup> sept ans après le traitement ;
- sur la parcelle Chemin de fer (figure 295), un apport de 150 g.ha<sup>-1</sup> réalisé en 2016 laisse une concentration dans le sol de l'ordre de 30 g.ha<sup>-1</sup> deux ans après le traitement

### **EAU**

Cette matière active a été détectée mais non quantifiée (sauf à une reprise) dans les échantillons d'eau analysés entre 2015 et 2018. La concentration moyenne estimée est de l'ordre de quelques ng.L<sup>-1</sup>.



**Figure 294. Applications et suivi de la teneur en tebuconazole dans la parcelle Bovenistier.**



**Figure 295. Applications et suivi de la teneur en tebuconazole dans la parcelle Chemin de fer.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 14.58 Terbuthylazine

Le terbuthylazine est un herbicide utilisé sur culture de maïs dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### **SOL**

Cette matière active est suivie dans le sol depuis 2018 avec une LOQ de 0.5  $\mu\text{g.kg}^{-1}$ . Son temps de demi-vie dans le sol est de 21.8 jours.

Quelques observations ont été faites sur la parcelle Sole 4 (figure 296). Elles ne sont cependant guère exploitables : quelques grammes par hectare dans le sol à partir de 2018 sans information de traitement. A noter que la parcelle a été louée en 2015 à un tiers pour y cultiver de la pomme de terre sans que cette matière active soit annoncée dans le traitement herbicide réalisé.

Les figures 297 à 300 illustrent les observations réalisées sur les parcelles Sol-Résidus.

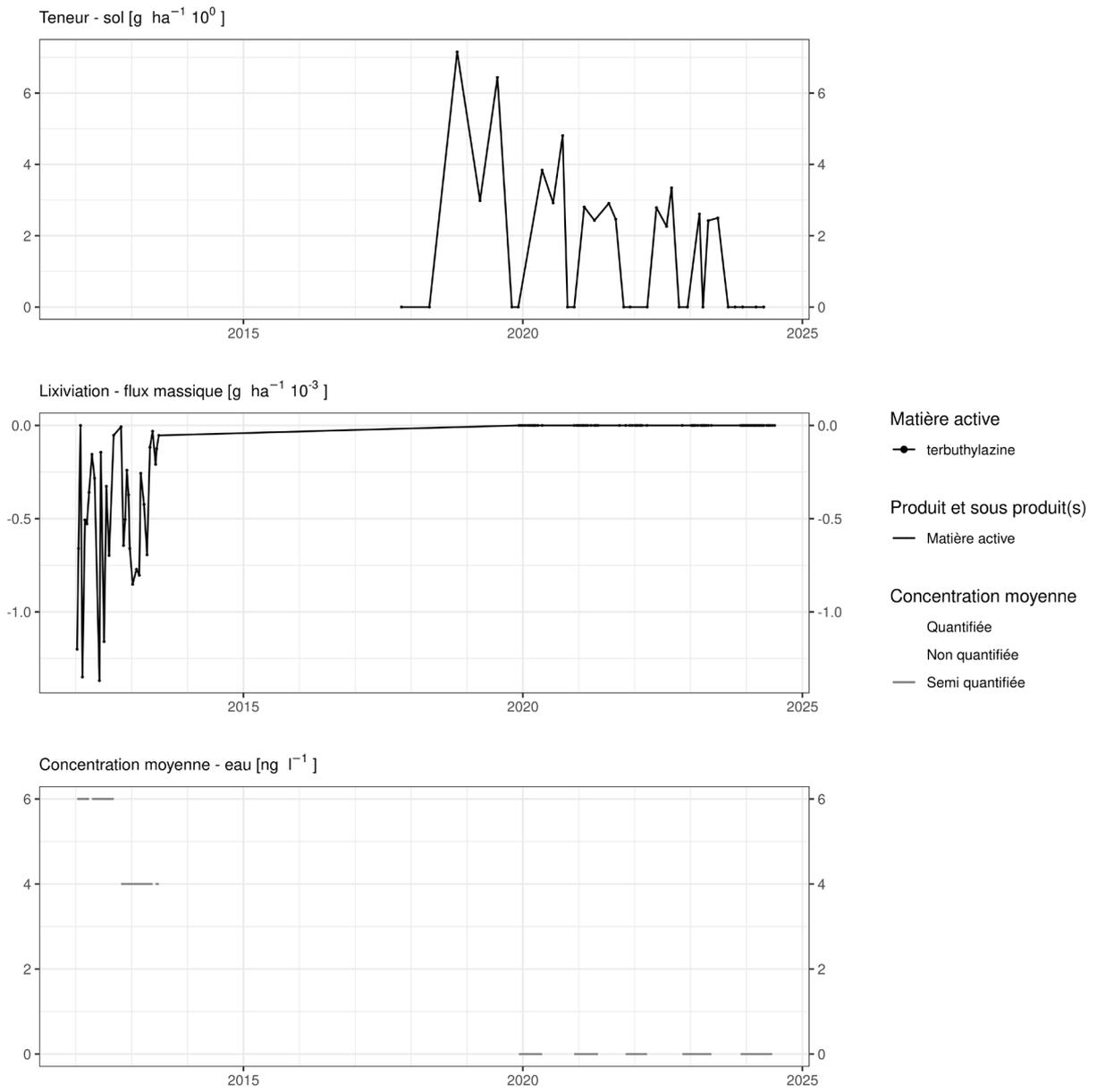
- Quelques jours après un apport d'un peu plus de 500  $\text{g.ha}^{-1}$ , des concentrations quasi similaires (de 200 à 500  $\text{g.ha}^{-1}$ ) sont constatées dans le sol.
- Quelques mois après l'apport, la concentration dans le sol varie de 50 à 200  $\text{g.ha}^{-1}$ .
- A plus long terme (trois ans après les traitements réalisés en 2015 et 2019 sur les parcelles Sol-Résidus et observations sur la parcelle Sole 4), la concentration dans le sol n'est plus, au maximum, que de quelques grammes par hectare.

### **EAU**

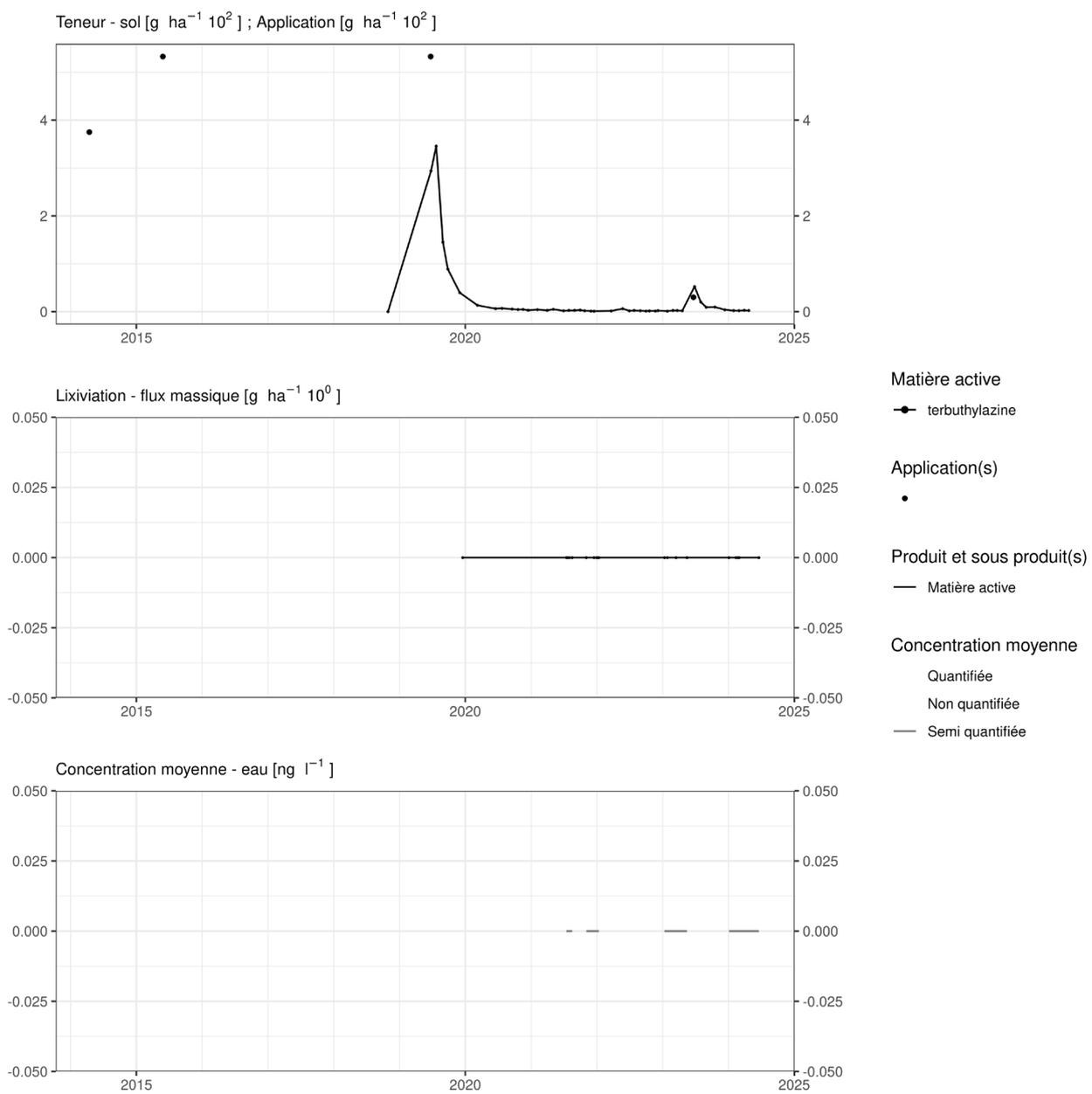
De petit flux ont été observés en 2012 et 2013 sur la parcelle Sole 4 sans informations sur le(s) éventuel(s) usage(s) antérieur(s). La concentration moyenne à l'échelle d'une période de percolation a été estimée à quelques  $\text{ng.L}^{-1}$  en 2012 et 2013.

Cette matière active est suivie dans l'eau depuis 2018 avec une LOQ de 0.05  $\mu\text{g.L}^{-1}$ . Son indice de lixiviation GUS est de 2.19.

Cette matière n'a été détectée qu'à quelques reprises (essentiellement en concentration inférieure à la LOQ) sur deux des lysimètres de Sol-Résidus. La concentration moyenne estimée à l'échelle d'une période de lixiviation n'a pas excédé quelques  $\text{ng.L}^{-1}$  entre 2020 et 2024.



**Figure 296. Applications et suivi de la teneur en terbuthylazine dans la parcelle Sole 4.**



**Figure 297. Applications et suivi de la teneur en terbuthylazine dans la parcelle SR4.**

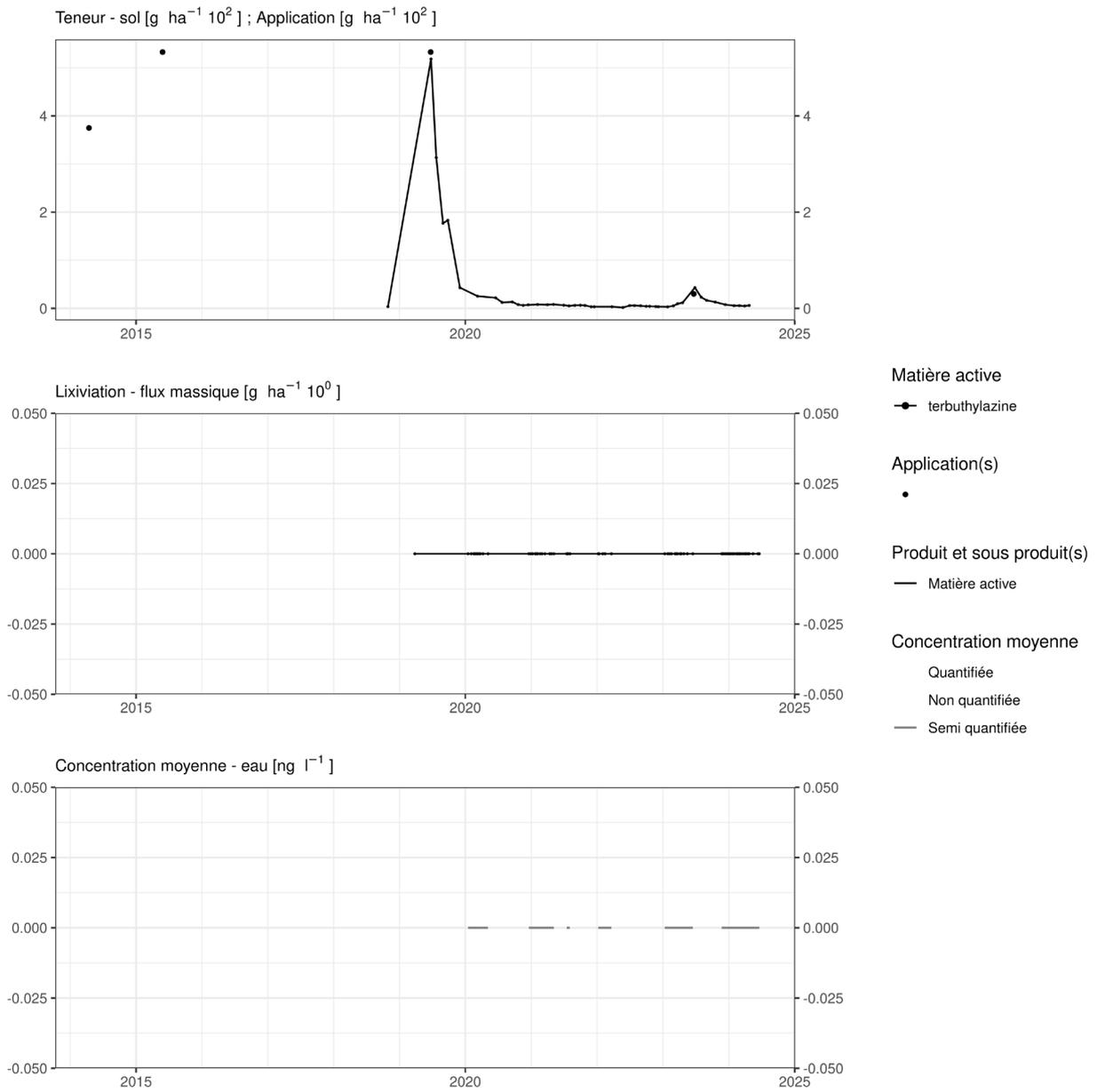
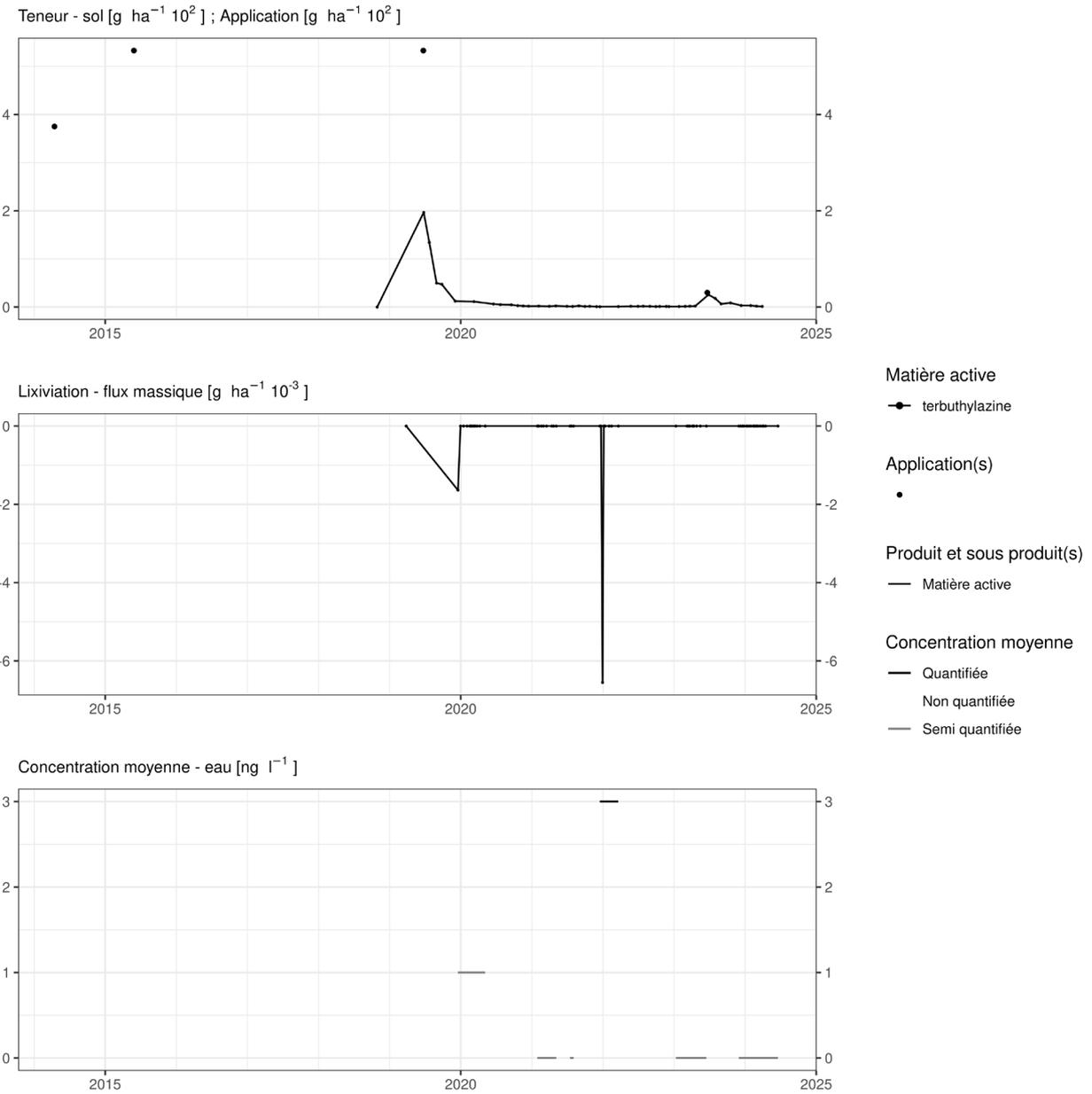
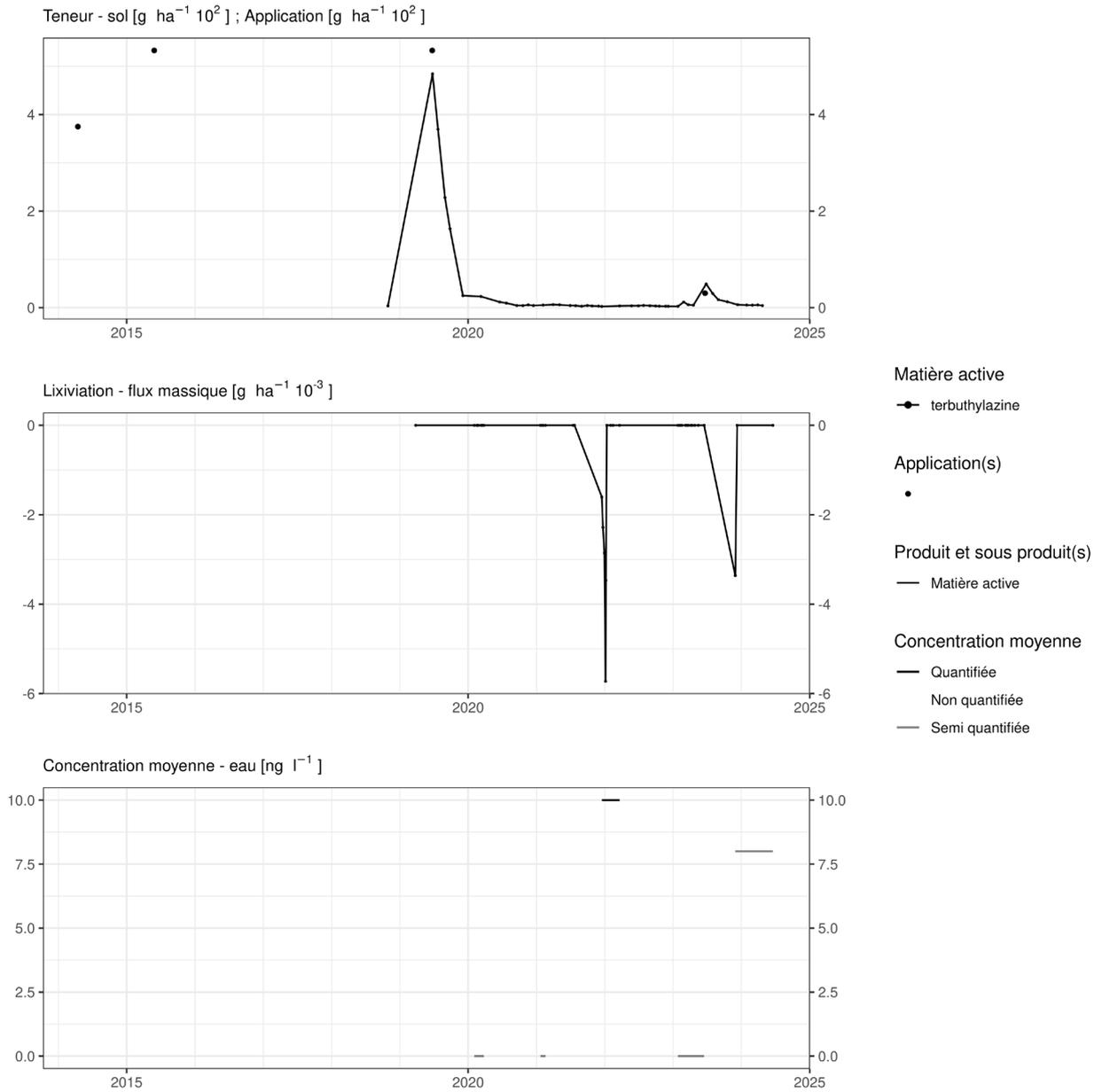


Figure 298. Applications et suivi de la teneur en terbuthylazine dans la parcelle SR8.



**Figure 299. Applications et suivi de la teneur en terbuthylazine dans la parcelle SR12.**



**Figure 300. Applications et suivi de la teneur en terbuthylazine dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active est suivie dans les eaux souterraines.

La figure 301 illustre sa présence dans les eaux souterraines entre 2016 et 2023. Parmi 1038 ouvrages suivis, aucun ne présente une concentration moyenne supérieure à la valeur seuil (100 ng.L<sup>-1</sup>) pour la matière active.

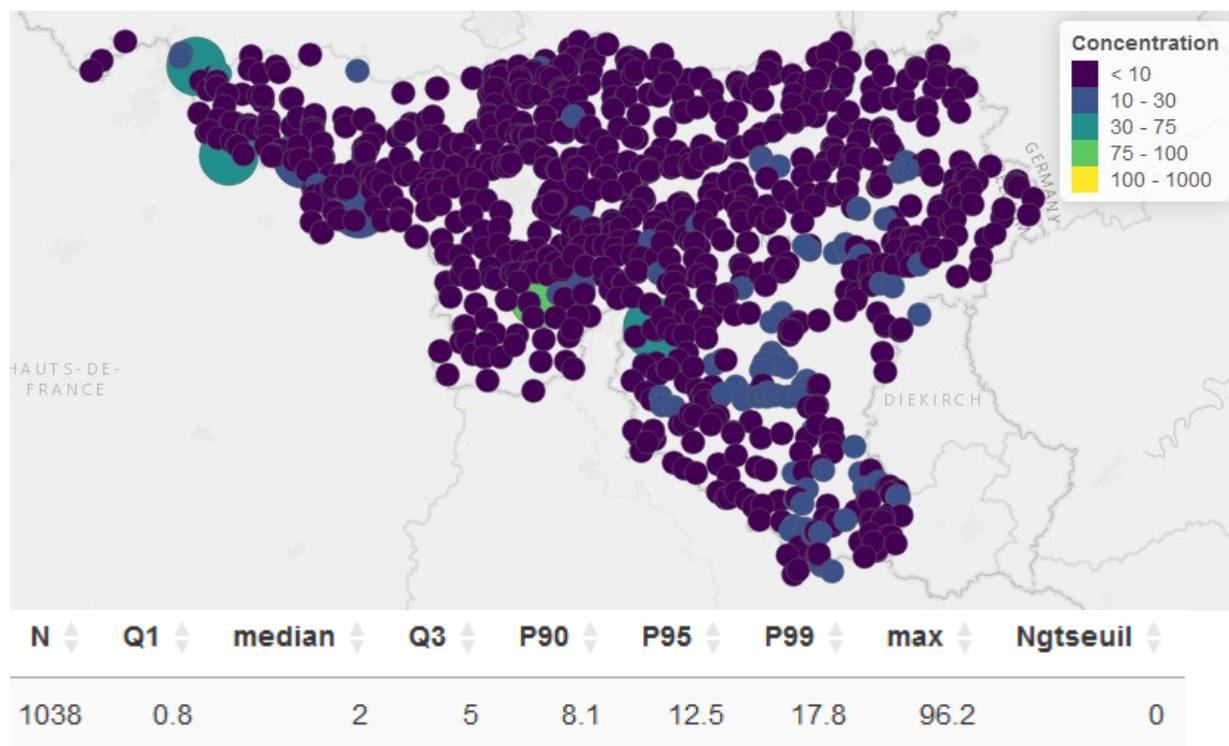


Figure 301. Distribution spatiale et statistique des concentrations moyennes annuelles (ng.L<sup>-1</sup>) en terbuthylazine observées dans les eaux souterraines.

## 14.59 Triflusulfuron methyl

Le triflusulfuron methyl est un herbicide utilisé pour la culture de la betterave ou de la chicorée dans les parcelles équipées d'un lysimètre.

### SOL

Cette matière active a été suivie dans le sol des parcelles équipées d'un lysimètre jusqu'en mai 2022 avec une LOQ de  $1.2 \mu\text{g.kg}^{-1}$  (figure 302 à figure 306). Elle n'a cependant jamais été détectée. Sa DT 50 dans les sols est de 4.5 jours.

### EAU

Cette matière active a été suivie dans les échantillons d'eau collectés entre 2019 et 2022 aux exutoires des lysimètres avec une LOQ de  $0.02 \mu\text{g.L}^{-1}$ . Elle n'a jamais été détectée. Son GUS est de 1.46.

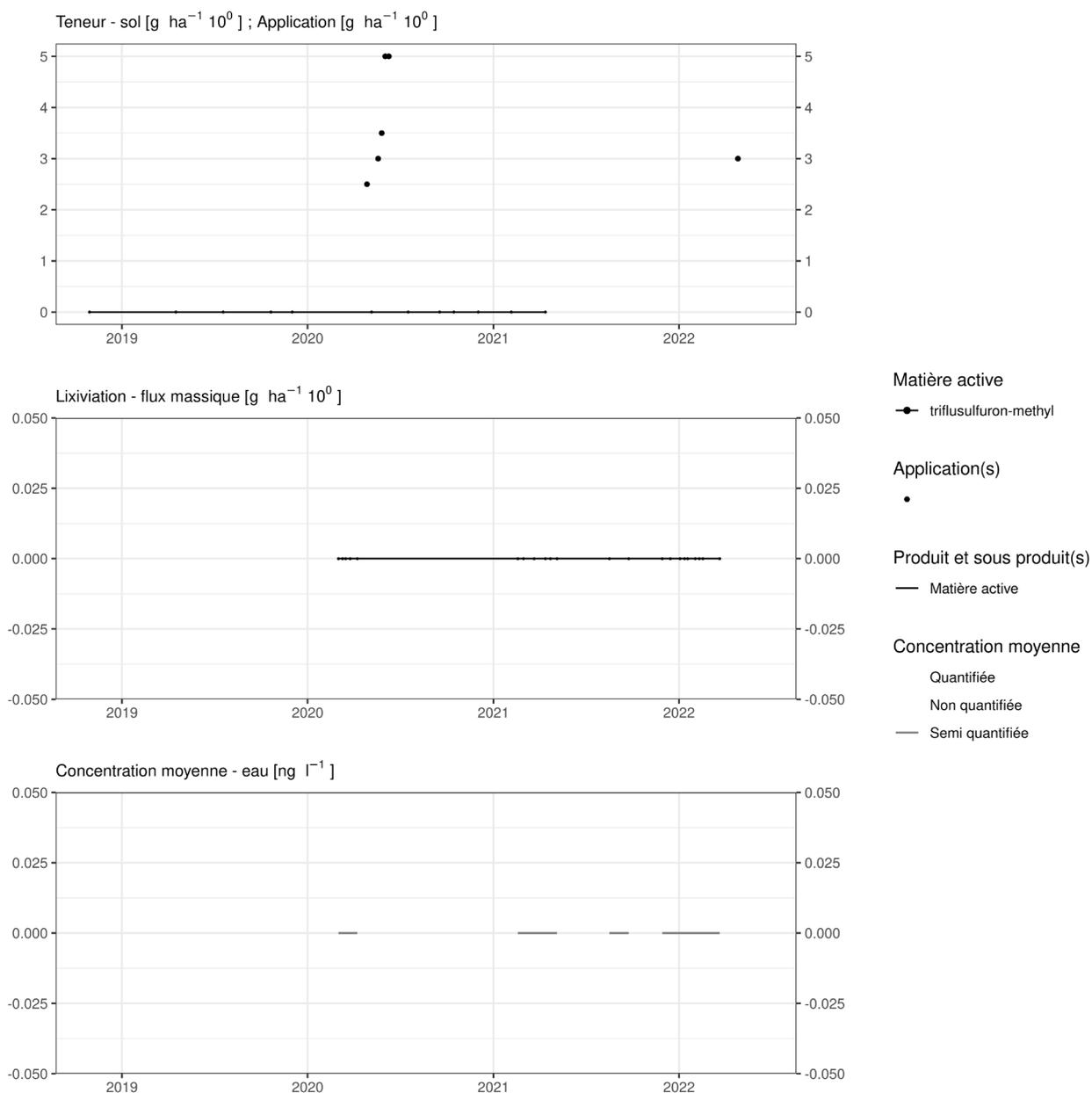
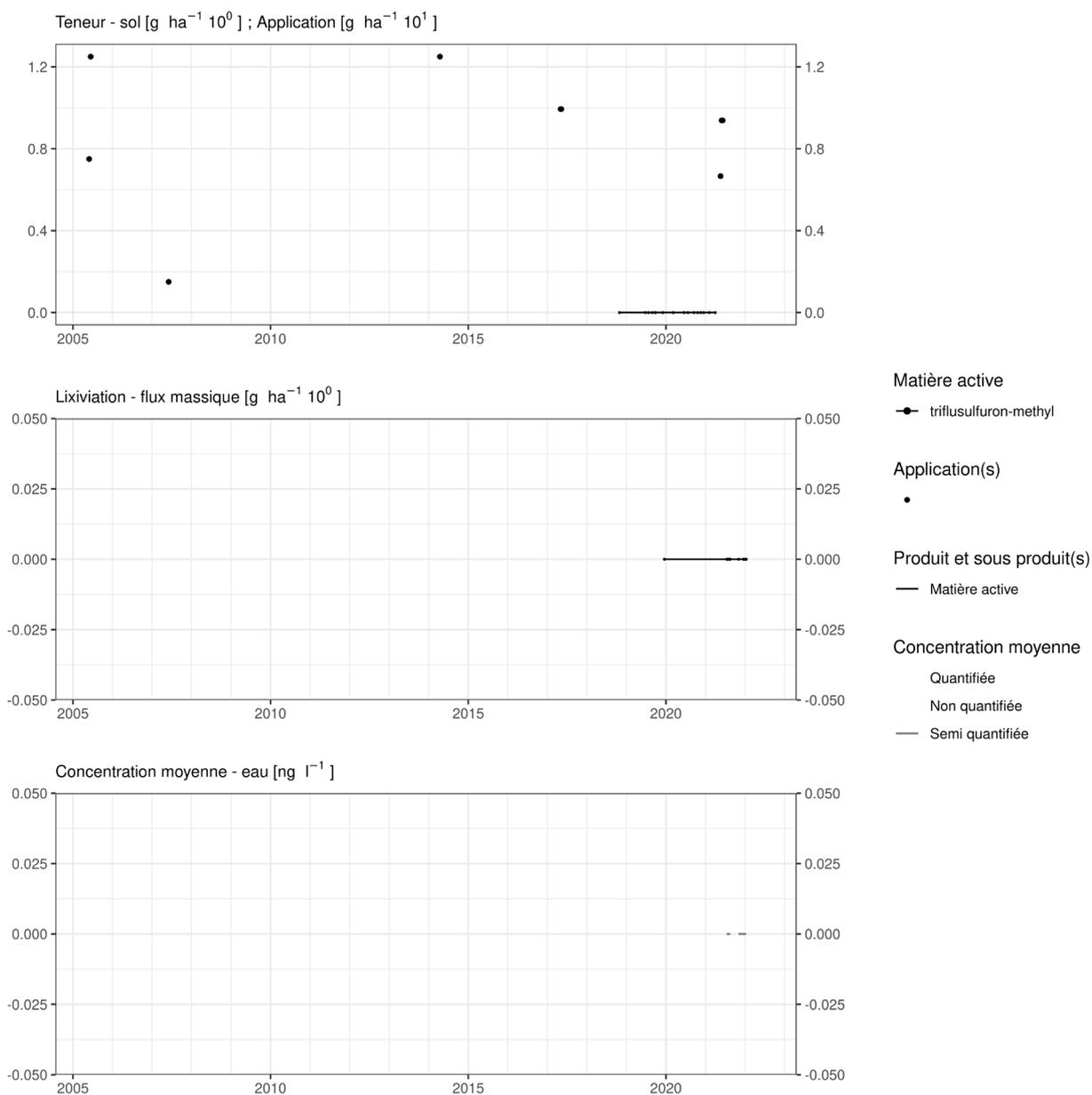
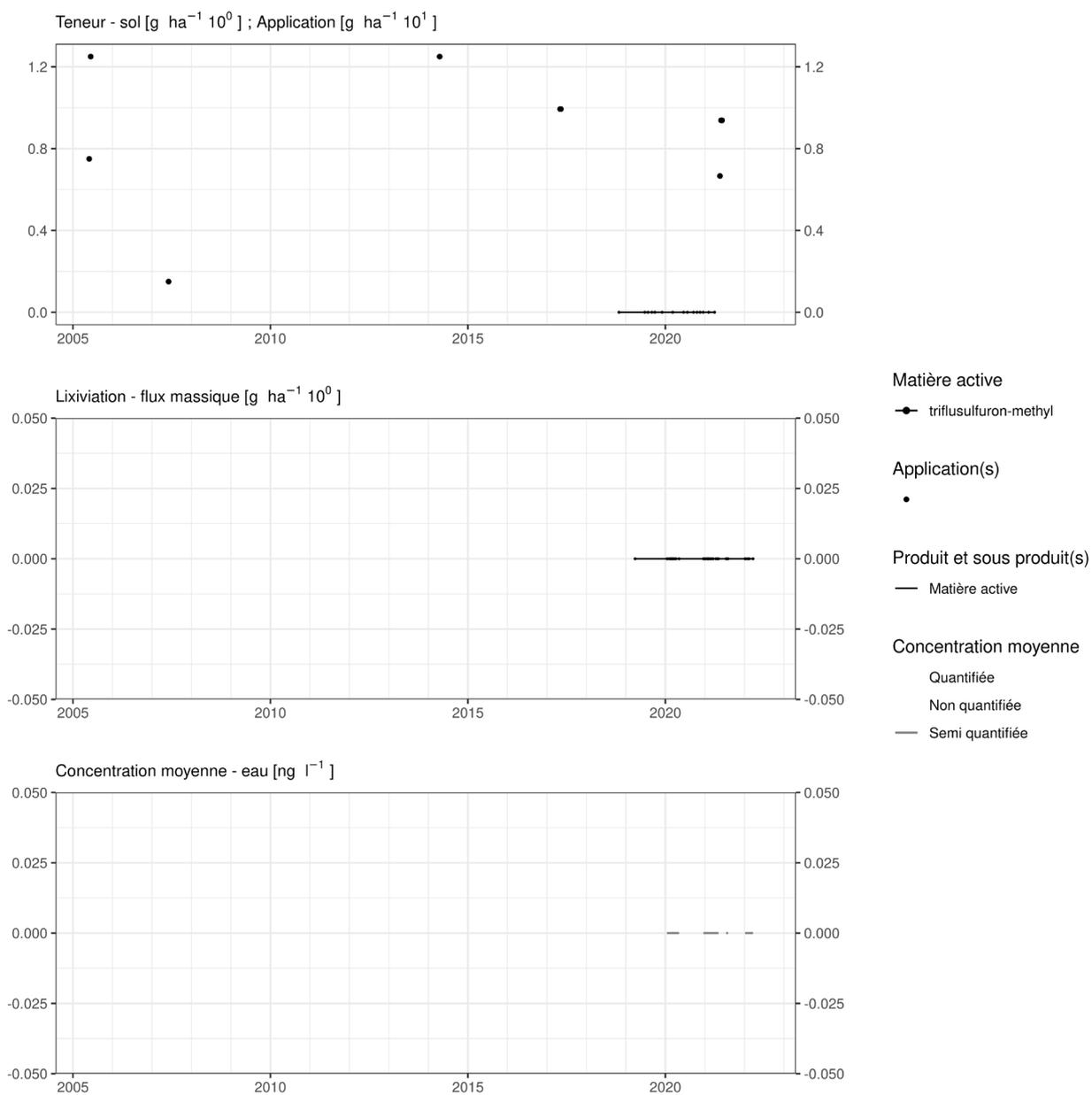


Figure 302. Applications et suivi de la teneur en triflusulfuron methyl dans la parcelle Haute Bova.



**Figure 303. Applications et suivi de la teneur en trifluralin methyl dans la parcelle SR4.**



**Figure 304. Applications et suivi de la teneur en triflusaluron methyl dans la parcelle SR8.**

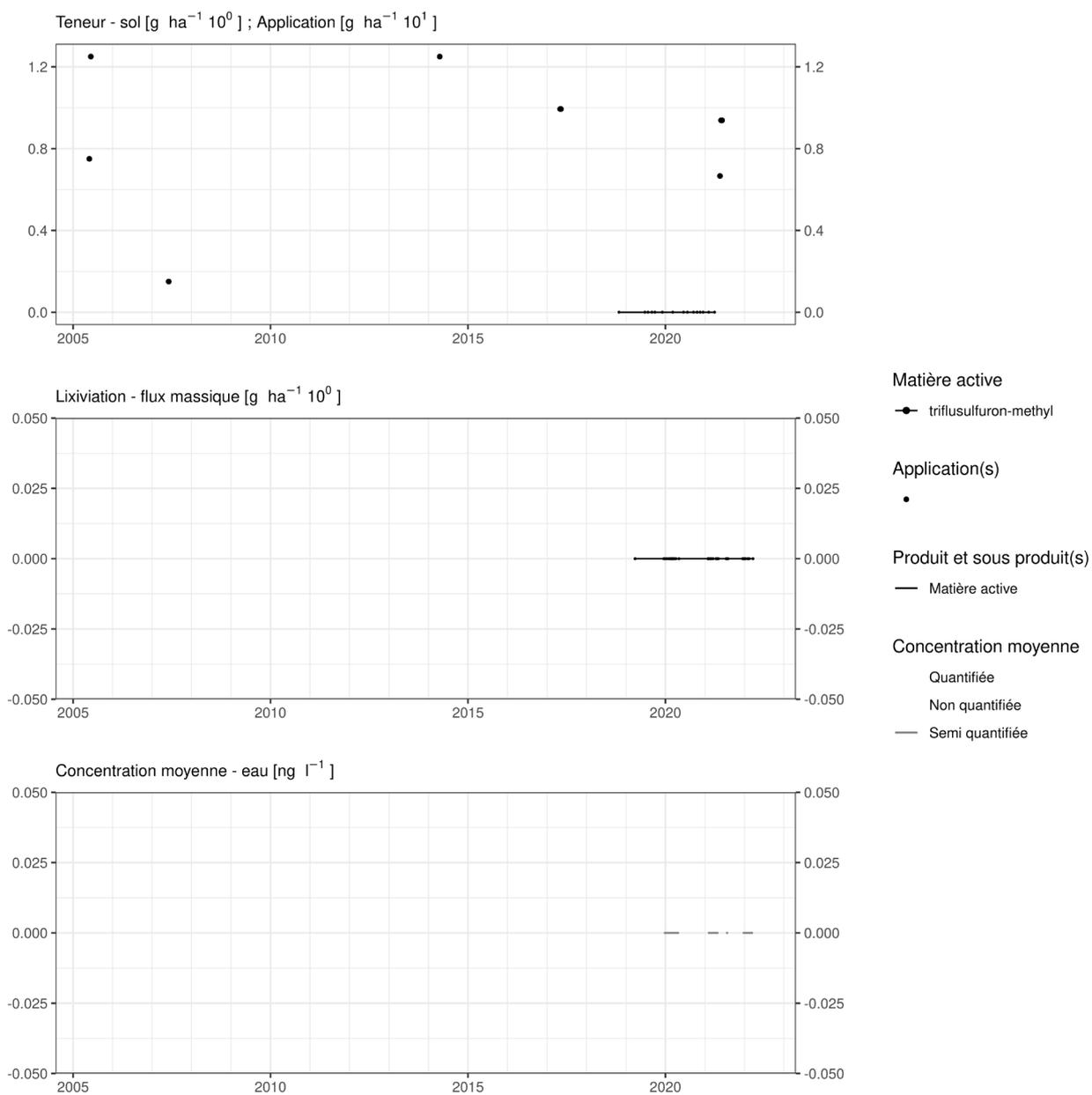
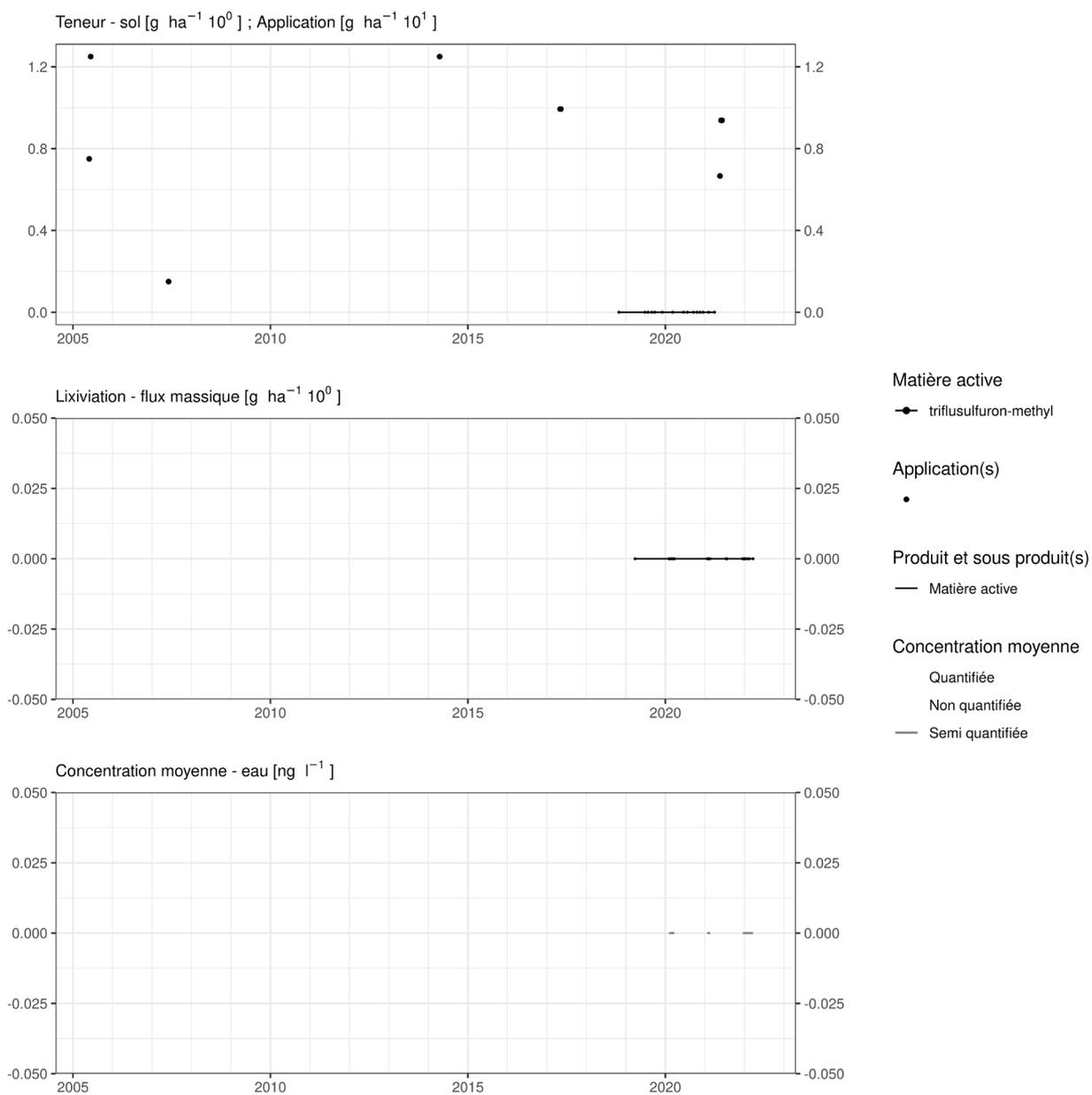


Figure 305. Applications et suivi de la teneur en triflusaluron methyl dans la parcelle SR12.



**Figure 306. Applications et suivi de la teneur en triflusaluron methyl dans la parcelle SR16.**

## EAU SOUTERRAINE

Cette matière active n'est pas suivie dans les eaux souterraines. Compte tenu des concentrations observées à l'exutoire des lysimètres, il n'est pas prioritaire de la quantifier dans les eaux souterraines.

## 15 Annexe 4 : Impact du mode de culture sur le devenir des PPP dans le sol

### 15.1 Introduction

Les parcelles de la plateforme d'expérimentation longue durée Sol Résidus ont été intégrées dans ce projet afin de caractériser l'impact de la gestion des résidus de culture et du travail du sol sur la rétention par le sol des produits phytopharmaceutiques.

Cette expérimentation est en place depuis 2008 au sein de la ferme expérimentale de Gembloux Agro Bio-Tech, sur la parcelle nommée *Grand Bordia*. Le sol est de type limoneux à horizon B textural (BT – accumulation d'argile) et à drainage normal (sigle Aba sur la carte des sols). Les facteurs de variation concernent l'épaisseur de l'ensemble d'horizons (A+E) au-dessus du BT (> 40cm Aba\_0 ou inférieur à 40cm Aba\_1) et la présence de taches d'oxydo-réduction dans l'horizon BT (Aba(b)) ou non (Aba).

Les modalités culturales mises en œuvre sur cette plateforme depuis 2008 concernent deux facteurs croisés : le travail du sol et la gestion des résidus de culture (figure 307) :

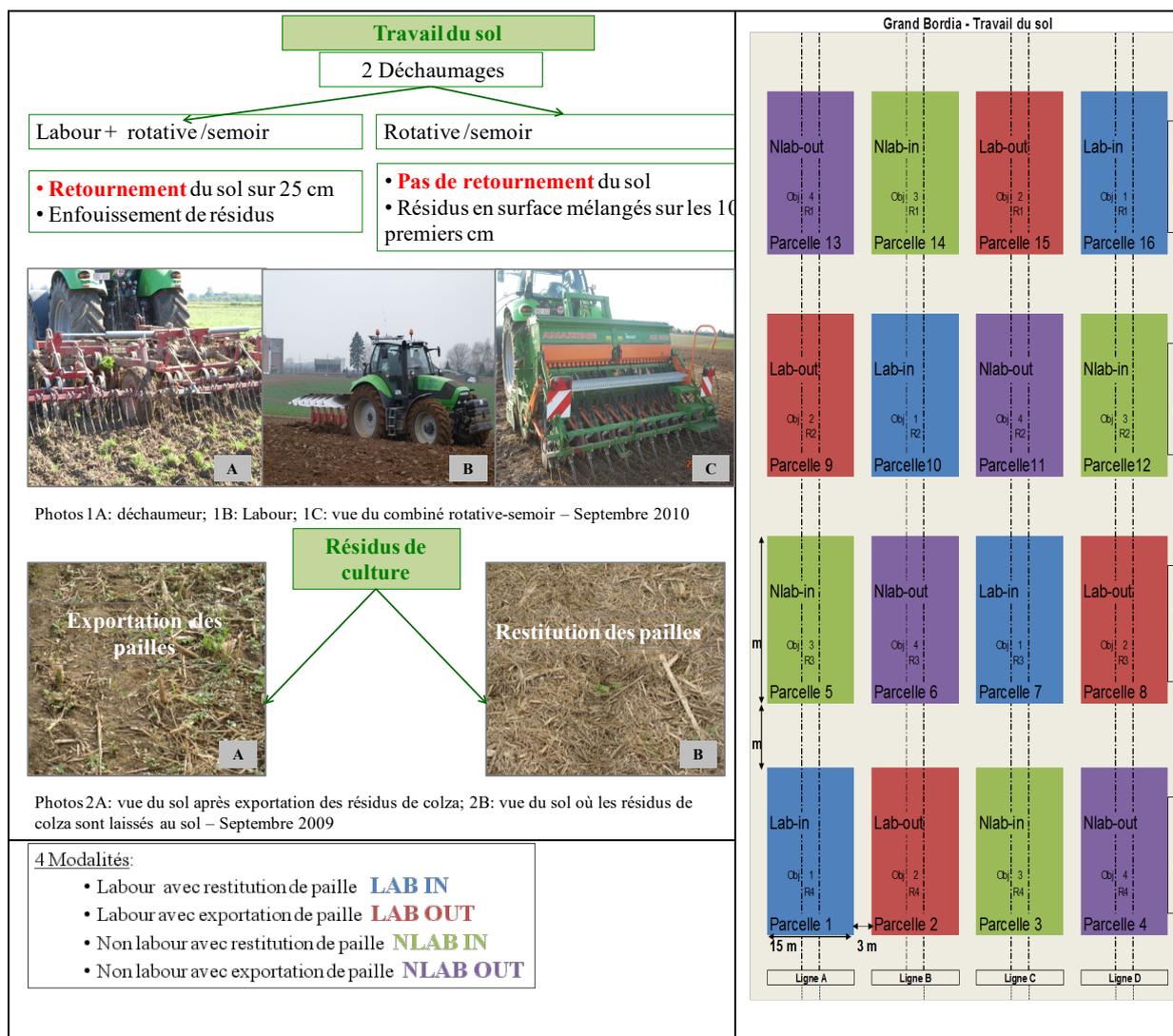
- le travail du sol comporte deux pratiques : un labour de 25 cm ou un travail superficiel de maximum 10 cm de profondeur.
- la gestion des résidus de culture (paille) comporte également deux pratiques : l'exportation des résidus lors de la récolte du froment (en rotation avec une culture de printemps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

Chacune de ces modalités comporte au sein d'une des quatre répétitions, un dispositif de lysimètres, permettant la récolte de l'eau de percolation à une profondeur de 2 mètres (parcelles SR04 / SR08 / SR12 / SR16).

Dix ans après la mise en place de la plateforme Sol Résidus, un dosage du carbone dans le sol des quatre placettes a été réalisé par le laboratoire de l'Axe Echanges Eau-Sol-Plante de GxABT. Les résultats (tableau 40) illustrent une légère augmentation de la teneur en carbone dans la couche 0-10 cm des placettes en non labour. La gestion des pailles ne marque guère d'effet à ce stade.

**Tableau 40. Teneur (%) en carbone dans trois couches de sol des placettes de Sol Résidus**

Référence parcelle	Travail du sol	Gestion des pailles	Couche	% carbone
SR 4	Travail superficiel	Exportation	0-10 cm	1,52
SR 4	Travail superficiel	Exportation	10-20 cm	1,18
SR 4	Travail superficiel	Exportation	20-30 cm	1,11
SR 8	Labour	Exportation	0-10 cm	1,16
SR 8	Labour	Exportation	10-20 cm	1,08
SR 8	Labour	Exportation	20-30 cm	1,05
SR 12	Travail superficiel	Enfouissement	0-10 cm	1,55
SR 12	Travail superficiel	Enfouissement	10-20 cm	1,16
SR 12	Travail superficiel	Enfouissement	20-30 cm	1,01
SR 16	Labour	Enfouissement	0-10 cm	1,28
SR 16	Labour	Enfouissement	10-20 cm	1,15
SR 16	Labour	Enfouissement	20-30 cm	1,12



**Figure 307. Description et schéma du dispositif expérimental Sol Résidus – Gembloux – GxABT.**

## 15.2 Résultats et discussion

Des observations réalisées pendant six années ont été utilisées pour rechercher des éventuelles différences de stock de PPP entre les modalités.

Seuls les résultats obtenus pour les horizons 0-10 cm, 10-20 cm et 20-30 cm ont été utilisés. En effet, c'est dans ces 30 cm de sol que l'on mesure le plus de molécules différentes et les plus concentrées. La moyenne des concentrations dans ces trois couches a été calculée pour chacune des molécules. Lorsque le résultat obtenu pour une des couches est « <LOQ » (inférieur à la LOQ) la valeur de 0 µg.kg<sup>-1</sup> a été utilisée.

Pour la période 2019-2022, deux molécules ont des concentrations élevées dans le sol : l'époxiconazole et la terbuthylazine (tableau 41).

Pour la période 2022-2024, la liste des molécules suivies a été modifiée car l'équipement analytique utilisé a été changé (LC-MS/MS pour LC-HRMS). Par conséquent, plus de molécules ont pu être suivies avec des concentrations importantes dans les sols (tableau 42). Un focus a été réalisé sur quatre molécules qui présentent des concentrations élevées dans le sol: le bixafen, le benzovindiflupyr, le mefentriconazole et l'époxiconazole.

Tableau 41. Moyenne et écart type des concentrations ( $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ ) mesurées dans les couches 0-10 cm, 10-20 cm et 20-30 cm pour la période 2018-mai 2022.

	SR4 NLAB OUT		SR8 LAB OUT		SR12 NLAB IN		SR16 LAB IN	
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
<b>chloridazon</b>	0.5	1.1	0.0	0.0	0.1	0.4	0.1	0.5
<b>clothianidin</b>	0.9	1.4	1.3	1.8	0.9	1.2	0.8	1.2
<b>difenoconazole</b>	1.2	1.5	1.6	1.8	0.7	1.0	1.1	1.5
<b>dimethenamid-P</b>	0.8	2.3	0.6	1.4	0.4	1.0	0.4	1.1
<b>epoxiconazole</b>	18.1	4.0	22.2	4.6	14.4	3.1	16.8	3.2
<b>ethofumesate</b>	2.3	0.8	3.7	1.3	1.8	0.7	2.5	0.9
<b>metamitron</b>	1.6	1.5	2.4	1.9	1.2	1.1	1.4	1.4
<b>metolachlor</b>	0.0	0.2	0.0	0.2	0.0	0.1	0.0	0.1
<b>nicosulfuron</b>	0.7	1.4	0.8	1.9	0.5	1.1	0.7	1.8
<b>phenmedipham</b>	1.5	1.0	2.1	1.4	1.2	0.8	1.4	1.0
<b>propiconazole</b>	0.5	0.5	1.1	0.9	0.4	0.4	0.5	0.6
<b>terbuthylazine</b>	6.8	15.8	12.2	27.7	4.1	10.3	11.3	26.5

Tableau 42. Moyenne et écart type des concentrations ( $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ ) mesurées dans les couches 0-10cm, 10-20 cm et 20-30 cm pour la période mai 2022 à mai 2024.

	SR4 NLAB OUT		SR8 LAB OUT		SR12 NLAB IN		SR16 LAB IN	
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
<b>benzovindylflupyr</b>	2.4	0.7	3.2	1.1	3.0	0.7	3.4	1.0
<b>bixafen</b>	18.7	4.8	24.4	3.5	20.3	4.6	24.3	3.2
<b>boscalid</b>	3.6	1.4	6.0	1.1	2.6	0.7	4.4	0.5
<b>chloridazon</b>	3.0	0.6	2.6	0.6	3.0	0.5	2.6	0.8
<b>clothianidine</b>	1.1	0.5	1.5	0.5	0.7	0.4	0.8	0.6
<b>difenoconazole</b>	0.9	0.8	1.2	0.8	0.5	0.3	0.8	0.4
<b>dimethenamid-P</b>	0.6	1.4	0.9	2.1	0.6	1.3	0.9	1.6
<b>epoxiconazole</b>	12.9	2.0	15.7	2.3	11.1	1.7	11.5	3.0
<b>ethofumesate</b>	2.2	0.5	2.7	0.5	1.9	0.3	2.7	2.4
<b>flufenacet</b>	0.3	0.4	0.5	0.6	0.3	0.5	0.5	0.7
<b>fluopyram</b>	0.0	0.1	0.0	0.1	0.1	0.1	0.2	0.3
<b>mefentrifluconazole</b>	4.0	3.2	6.5	4.8	3.9	2.6	6.5	5.5
<b>metamitron</b>	0.9	0.7	1.1	0.8	0.6	0.5	1.0	0.9
<b>metolachlor</b>	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.3
<b>phenmedipham</b>	1.6	0.4	1.9	0.5	1.3	0.3	1.3	0.4
<b>pyraclostrobine</b>	0.9	2.0	1.3	2.0	0.8	1.5	1.6	2.9
<b>terbuthylazine</b>	1.0	1.0	1.7	1.2	0.8	1.1	1.5	1.2

La figure 308 et la figure 309 illustrent l'évolution de la concentration dans le sol (couche 0-30 cm) de ces cinq molécules au cours de la période d'échantillonnage. En moyenne, un prélèvement a été réalisé tous les mois.

L'observation de ces figures ne met pas clairement en évidence un impact du mode de gestion des résidus de cultures et du travail du sol mais il semble toutefois que les parcelles SR 8 et SR 16, c'est-à-dire les

parcelles en labour, ont des teneurs légèrement supérieures aux parcelles en non-labour, au moins lors des premières semaines ou mois après l'usage de la molécule.

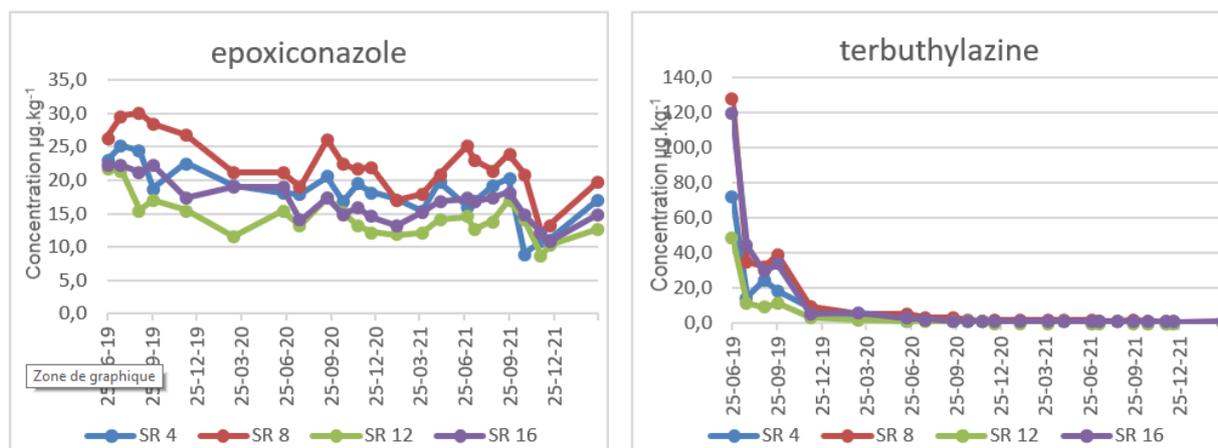


Figure 308. Concentration en epoxiconazole et en terbuthylazine dans le sol des parcelles Sol Résidus entre 2019 et mai 2022.

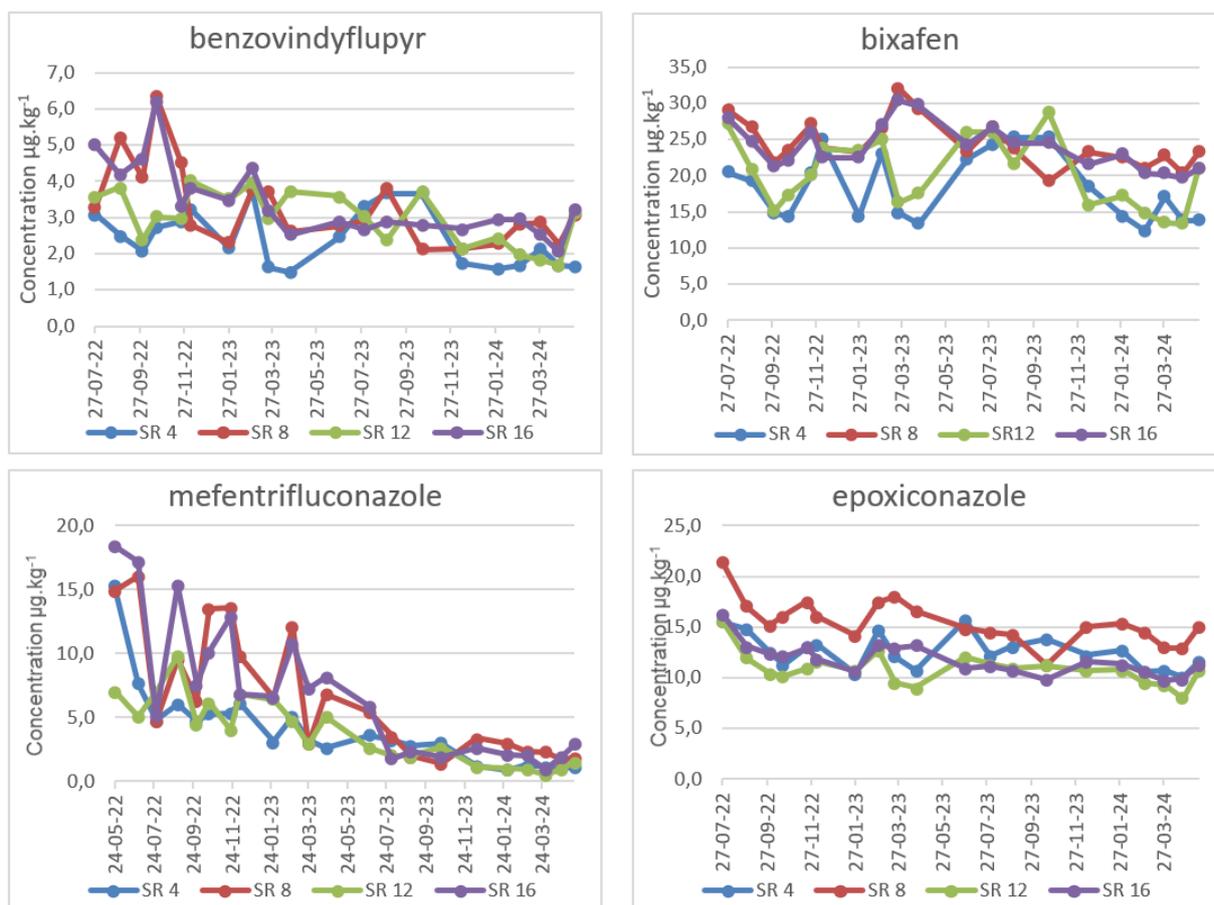


Figure 309. Concentration en benzovindiflupyr, bixafen, epoxiconazole et terbuthylazine dans le sol des parcelles Sol Résidus entre mai 2022 et mai 2024.

## 16 Annexe 5 : Evaluation du glyphosate et de ses alternatives

---

### 16.1 Introduction

Un des objectifs de l'étude vise à évaluer l'impact environnemental du glyphosate et à tester des matières actives alternatives au glyphosate. Le test vise d'une part, à confirmer l'efficacité de ces matières actives pour la destruction des adventices avant semis d'une culture de printemps et d'autre part, surtout à évaluer l'impact environnemental (stock dans le sol et migration en profondeur) de leur usage.

En réunion du Comité d'accompagnement de la convention, il a été décidé de tester les matières actives suivantes :

- florasulam
- fluroxypyr
- halauxifène-méthyl
- pyraflufen-éthyl
- propaquizafo
- metsulfuron-méthyl
- acide pélargonique

### 16.2 Evaluation environnementale du glyphosate

Le glyphosate est utilisé par les agriculteurs soit en été pour éradiquer les adventices et repousses de céréale après la récolte, soit au printemps pour « nettoyer » la parcelle avant le semis d'une culture.

Pour rencontrer ces usages, une première application de glyphosate a été réalisée en été le 21/08/2018 (4,86 L.ha<sup>-1</sup> à 360 g.L<sup>-1</sup>) post-récolte de froment (soit 0,175 g.m<sup>-2</sup>) et une seconde application de glyphosate a été réalisée en sortie d'hiver, le 28/03/2019 (5 L.ha<sup>-1</sup> à 360 g.L<sup>-1</sup>) avant semis de maïs, sur les deux objets non labour, en présence de CIPAN (soit 0,180 g.m<sup>-2</sup>) ;

La dose de glyphosate appliquée en aout 2018 sur ces parcelles est de 4,86 L.ha<sup>-1</sup> à 360 g.L<sup>-1</sup>. A cette dose, pour une épaisseur de sol de 10 cm avec une densité de 1,5 t.m<sup>-3</sup>, la concentration maximale possible dans le sol est de 1,2 mg.kg<sup>-1</sup>.

La parcelle SR8 est celle qui a la plus forte teneur en glyphosate deux jours après épandage avec une concentration de 0.54 mg.kg<sup>-1</sup> (tableau 43). Cependant, cette concentration représente moins de la moitié de la dose qui a été appliquée au champ. Cette différence peut s'expliquer par la présence de végétation ayant intercepté le produit. En effet le glyphosate est dosé dans le sol uniquement, débarrassé des éventuels débris végétaux après tamisage.

La pluie du 17 aout (8,7 mm<sup>12</sup>) a vraisemblablement contribué à la lixiviation du produit dans la couche 10-20 cm observée le 23 aout.

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

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

---

<sup>12</sup> Station météorologique d'Ernage / CRA-W

**Tableau 43. Teneurs en glyphosate et AMPA dans les parcelles de la plateforme Sol Résidus en 2018.**

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

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

Les résultats (tableau 44) de ces premières analyses indiquent la présence de traces du métabolite dans la couche supérieure de sol (0-10 cm). Il s'agit vraisemblablement de résidus de l'application réalisée l'été précédent.

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

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

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

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

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

**Tableau 44. Teneurs en glyphosate et AMPA dans les parcelles de la plateforme Sol Résidus en 2019.**

date	horizon (cm)	NL R out		NL R in		date	horizon (cm)	NL R out		NL R in	
		glyphosate (mg.kg <sup>-1</sup> )	AMPA (mg.kg <sup>-1</sup> )	glyphosate (mg.kg <sup>-1</sup> )	AMPA (mg.kg <sup>-1</sup> )			glyphosate (mg.kg <sup>-1</sup> )	AMPA (mg.kg <sup>-1</sup> )	glyphosate (mg.kg <sup>-1</sup> )	AMPA (mg.kg <sup>-1</sup> )
27/03/19	0-10	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.06	31/05/19	0-10	0.10	0.07	0.09	0.12
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Application de glyphosate le 28/03/2019 (5L.ha <sup>-1</sup> à 360 g.L <sup>-1</sup> )							30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
28/03/19	0-10	0.54	0.06	0.56	0.13	6/06/19	0-10	0.14	0.11	0.08	0.11
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
3/04/19	0-10	0.51	0.07	0.46	0.15		30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	17/06/19	0-10	0.08	0.08	0.09	0.16
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		10-20	0.05	<LOQ	<LOQ	<LOQ
10/04/19	0-10	0.5	0.15	0.42	0.22		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	60-90	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
	30-40	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	25/06/19	0-10	0.09	0.12	0.07	0.17
17/04/19	0-10	0.31	0.11	0.28	0.107		10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	0.05
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		2/07/19	0-10	0.09	0.12	0.07
	30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	10-20		0.05	<LOQ	0.05	0.05
24/04/19	0-10	0.21	<LOQ	0.18	<LOQ	20-30		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	30-60		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	60-90	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	
	30-60	0.06	<LOQ	<LOQ	<LOQ	9/07/19	0-10	0.08	0.11	0.06	0.21
29/04/19	0-10	0.27	<LOQ	0.18	<LOQ		10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		16/07/19	0-10	0.09	0.12	<LOQ
	30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	10-20		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
10/05/19	0-10	0.24	0.09	0.16	0.12	20-30		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	24/07/19		0-10	0.05	0.07	0.07
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ		20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
16/05/19	0-10	0.10	0.08	0.18	0.08		1/08/19	0-10	<LOQ	0.06	<LOQ
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	10-20		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	20-30		<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
	30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	Glyphosate LOQ		0.04 mg.kg <sup>-1</sup>			
24/05/19	0-10	0.11	0.08	0.09	0.11	AMPA LOQ		0.05 mg.kg <sup>-1</sup>			
	10-20	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ						
	20-30	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ						
	30-60	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ						

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

## 16.3 Recherche d'alternatives au glyphosate – expérimentation 2021

Vu son caractère temporaire, la CIPAN doit être détruite pour pouvoir semer une culture au printemps. Trois modes de destruction existent :

1. le gel (uniquement pour les variétés gélives),
2. la destruction mécanique,
3. la destruction chimique.

Le réchauffement climatique combiné à la pratique de plus en plus régulière de mélange d'espèces végétales pour les CIPAN rend le gel de moins en moins efficace pour la destruction des CIPAN.

Dans un mode d'agriculture sans labour, les CIPAN ne peuvent plus être détruites mécaniquement par enfouissement (labour). Le glyphosate est alors régulièrement utilisé pour détruire chimiquement les CIPAN.

Conformément aux objectifs de la convention, une expérimentation a été mise en place en vue de tester des solutions chimiques alternatives au glyphosate. L'expérimentation a été menée sur la plateforme Sol Résidus.

Trois molécules ont été testées : le fluroxypyr, le propaquizafop et le 2-4D.

- Le premier produit commercial utilisé est le « Starane forte » contenant 333 g.L<sup>-1</sup> de fluroxypyr appliqué à 0.45 L.ha<sup>-1</sup> ce qui correspond à 15 mg.m<sup>-2</sup>.
- Le second produit est le « Agil » contenant 100 g.L<sup>-1</sup> de propaquizafop appliqué à 0.75 L.ha<sup>-1</sup> correspondant à 7.5 mg.m<sup>-2</sup>.
- Le troisième produit commercial est le « U-46-D500 » contenant 500 g.L<sup>-1</sup> de 2,4-D appliqué à 1,5 L.ha<sup>-1</sup> correspondant à 75 mg.m<sup>-2</sup>.

Les épandages ont eu lieu le 8 mars 2021. Des prélèvements de sol ont été réalisés à partir du 9 mars 2021, deux fois par semaine jusqu'au 31 mars et ensuite une fois par semaine jusqu'au 14 avril.

Cinq couches ont été échantillonnées à chaque reprise : 0-10, 10-20, 20-30, 30-60 et 60-90 cm.

L'objectif de ces prélèvements successifs est de suivre, au cours du temps, l'évolution des concentrations dans le sol du fluroxypyr et du propaquizafop. Il est à noter que le 2,4-D n'étant pas quantifiable dans le sol avec la méthode actuelle, cet objet n'a pas été échantillonné.

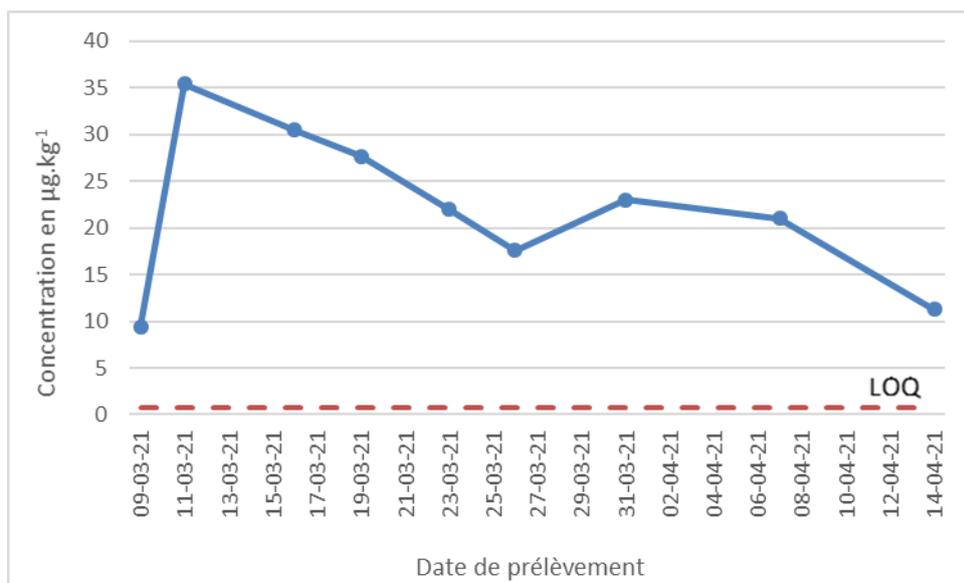
Les échantillons des sols ont été traités et extraits comme les autres échantillons au cours de ce projet. Ils ont ainsi été tamisés à 2 mm après échantillonnage, stockés au congélateur à -18 °C avant analyse. Ensuite, l'extraction a été réalisée selon la méthode QuEChERS et les extraits ont été analysés par LC-MS/MS.

### 16.3.1 Résultats

Ces deux matières actives ont uniquement été détectées dans l'horizon 0-10 cm.

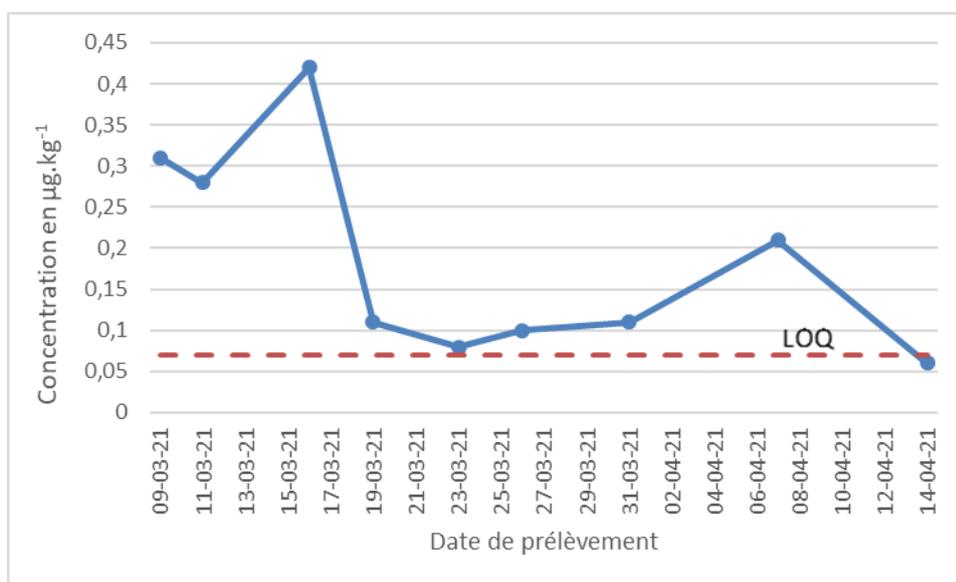
Les concentrations de fluroxypyr mesurées diminuent assez rapidement au cours du temps (figure 310).

En aout 2021, la limite de quantification n'a pas encore été atteinte (LOQ = 0.8 µg.kg<sup>-1</sup>) mais la concentration dans le sol a déjà été divisée par trois.



**Figure 310. Concentration en fluroxypyr au cours du temps dans l'horizon 0-10 cm.**

Les quantités de propaquizafop mesurées dans le sol (figure 311) sont très faibles et très proches de la limite de quantification ( $\text{LOQ} = 0.075 \mu\text{g.kg}^{-1}$ ). La matière active n'a pas été observée dans l'eau (figure 263 à figure 266).



**Figure 311. Concentration en propaquizafop au cours du temps dans l'horizon 0-10 cm.**

### 16.3.2 Discussion

Bien que la pluviométrie de la deuxième et troisième décade ait été globalement normale<sup>13</sup> (43,6 mm), ces deux molécules n'ont pas été observées dans les couches sous-jacentes à la couche de surface (0-10 cm).

La concentration en fluroxypyr dans le sol est grosso modo dix fois supérieure à celle observée pour le propaquizafop alors que l'apport n'est que double (en quantité).

Sur le volet agronomique, l'expérimentation a mis en évidence la faible performance des trois molécules utilisées pour détruire les CIPAN. La température moyenne relativement basse (5,3 °C) au cours de la deuxième décade de mars explique sans doute en partie cette faible performance.

## 16.4 Recherche d'alternatives au glyphosate – expérimentation 2023

L'expérimentation a été menée sur la plateforme Sol-Résidus de Gembloux Agro Bio Tech, à l'aplomb des quatre lysimètres (SR4, SR8, SR12 et SR16). Les parcelles SR4 et SR12 en non-labour étaient couvertes de résidus de CIPAN (moutarde), de repousses de froment et de quelques adventices (en avant plan sur la photo ci-dessous). Les parcelles SR8 et SR16 en labour ne présentaient pas de végétation (en arrière-plan sur la photo ci-dessous).



Le 17 mars, une pulvérisation de ces matières actives a été réalisée à l'aplomb des quatre lysimètres. La bouillie préparée contenait les produits suivants :

- *Zypar* (1000 mL.ha<sup>-1</sup>) contenant 5 g.L<sup>-1</sup> de florasulam, 6,25 g.L<sup>-1</sup> d'halauxifène-méthyl et 6 g.L<sup>-1</sup> de cloquintocet-mexyl
- *Gozai* (800 mL.ha<sup>-1</sup>) contenant 26,5 g.L<sup>-1</sup> de pyraflufen-éthyl
- *Agil* (1500 mL.ha<sup>-1</sup>) contenant 100 g.L<sup>-1</sup> de propaquizafop
- *Allie* (20 g.ha<sup>-1</sup>) contenant 200 g.kg<sup>-1</sup> de metsulfuron-méthyl
- *Round Up Rapid Concetrate* (22,5 L.ha<sup>-1</sup>) contenant 500 g.L<sup>-1</sup> d'acide pélargonique

Afin de suivre la dégradation du produit et son éventuelle lixiviation, des échantillons de sol ont été prélevés le 28 février, préalablement à la pulvérisation et aux dates suivantes : 17, 20, 23, 27 et 30 mars, 6, 13 et 20 avril 2023.

---

<sup>13</sup> Source : CRA-W – station météorologique d'Ernage (Gembloux)

Parallèlement à l'expérimentation mise en place à l'aplomb des lysimètres, des micro-parcelles ont également fait l'objet d'un traitement pour chacun des produits et un traitement de glyphosate a été réalisé sur le reste de la parcelle afin comparer l'efficacité des traitements.

### 16.4.1 Florasulam

Un apport de florasulam a été réalisé au printemps 2022 (soit un an avant la présente expérimentation). Les analyses de sol réalisées préalablement avant l'expérimentation n'ont pas révélé de résidus de ce traitement.

La LOQ dans le sol pour cette matière active est de  $0.7 \mu\text{g.kg}^{-1}$ .

Les observations ont été réalisées sur les quatre parcelles sont similaires. Pour nous pas alourdir le rapport, seuls les résultats du SR16 sont présentés (figure 312).

Quelques heures après le traitement, des échantillons de sol ont été prélevés et analysés. Le florasulam a pu y être dosé dans la couche 0-10 cm et n'a pas été détecté dans les couches sous-jacentes. Il a ensuite été détecté jusqu'au 23 mars, toujours uniquement dans la couche 0-10 cm. Les échantillons prélevés le 27 mars n'ont plus révélé de trace de ce produit, ce qui est en accord avec le temps de demi-vie de cette matière active qui est de 8.5 jours.

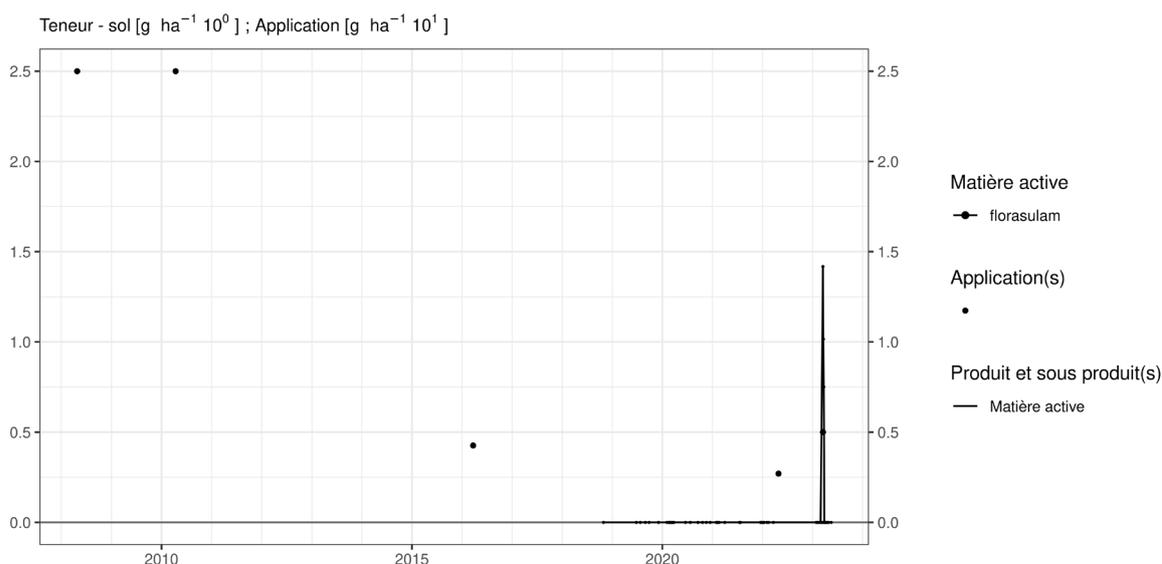


Figure 312. Applications et suivi de la teneur en florasulam dans la parcelle SR16.

Le florasulam n'a pas été détecté dans les échantillons d'eau collectés à l'exutoire des lysimètres (cf. § 14.23).

### 16.4.2 Halauxifène-méthyl

Les observations ont été réalisées sur les quatre parcelles sont similaires. Pour ne pas alourdir le rapport, seuls les résultats du SR16 sont présentés (figure 313).

La LOQ dans le sol pour cette matière active est de  $0.25 \mu\text{g.kg}^{-1}$ .

Quelques heures après le traitement, des échantillons de sol ont été prélevés et analysés. Cette matière active a pu y être dosée dans la couche 0-10 cm et n'a pas été détectée dans les couches sous-jacentes.

Elle a ensuite été détectée jusqu'au 13 avril, toujours uniquement dans la couche 0-10 cm. Les échantillons prélevés le 20 avril n'ont plus révélé de trace de ce produit (DT50 sol 43 jours).

Différence notable entre lysimètres, une concentration logiquement plus faible en non labour due à la présence de végétation et logiquement une non-détection plus rapide (fin mars).

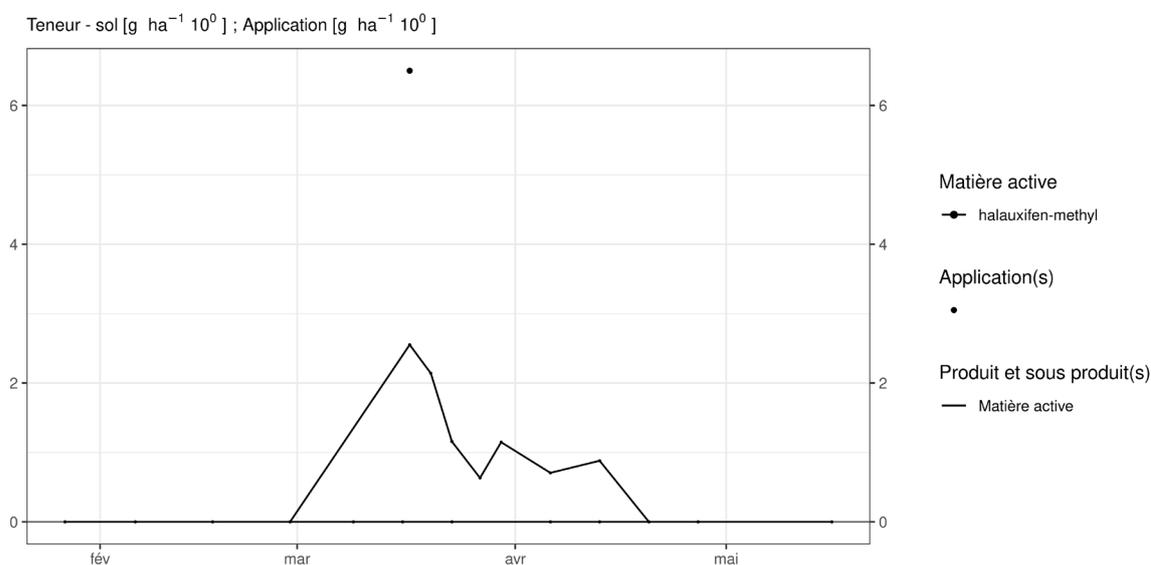


Figure 313. Application et suivi de la teneur en halauxifène-méthyl dans la parcelle SR16.

L'halauxifène méthyl n'a pas été détecté dans les échantillons d'eau collectés à l'exutoire des lysimètres (cf. § 14.28).

### 16.4.3 Pyraflufen-éthyl

Bien qu'appliquée à une concentration similaire à l'halauxifène-éthyl, cette matière active n'a jamais pu être détectée dans les échantillons de sol et en effet sa DT50 sol est de 1.2 jours.

La LOQ dans le sol pour cette matière active est de 0.5 µg.kg<sup>-1</sup>.

Le pyraflufen-éthyl n'a pas été détecté dans les échantillons d'eau collectés à l'exutoire des lysimètres (cf. § 14.53).

### 16.4.4 Propaquizafop

Les observations ont été réalisées sur les quatre parcelles sont similaires. Pour nous pas alourdir le rapport, seuls les résultats du SR16 sont présentés (figure 314).

La LOQ dans le sol pour cette matière active est de 0.5 µg.kg<sup>-1</sup>.

Quelques heures après le traitement, des échantillons de sol ont été prélevés et analysés. Cette matière active a pu y être dosée dans la couche 0-10 cm et n'a pas été détectée dans les couches sous-jacentes. Elle a ensuite été détectée jusqu'au 6 avril, toujours uniquement dans la couche 0-10 cm. Les échantillons prélevés les 13 et 20 avril n'ont plus révélé de trace de ce produit (DT50 sol 85 jours).

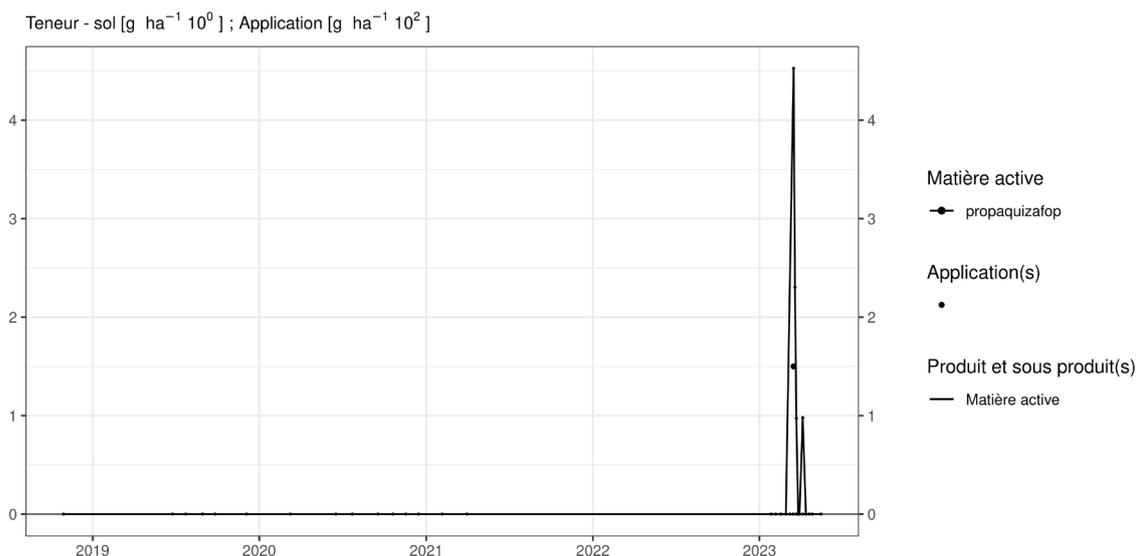


Figure 314. Application et suivi de la teneur en propaquizafop dans la parcelle SR16.

Le propaquizafop n'a pas été détecté dans les échantillons d'eau collectés à l'exutoire des lysimètres (cf. § 14.49).

#### 16.4.5 Metsulfuron-méthyl

Les observations ont été réalisées sur les quatre parcelles sont similaires. Pour nous pas alourdir le rapport, seuls les résultats du SR16 sont présentés (figure 315).

La LOQ dans le sol pour cette matière active est de 0.25 µg.kg<sup>-1</sup>.

Le traitement réalisé en 2015 n'a pas été détecté dans l'échantillon de sol prélevé avant l'expérimentation.

Quelques heures après le traitement, des échantillons de sol ont été prélevés et analysés. Cette matière active a pu y être dosée dans la couche 0-10 cm et n'a pas été détectée dans les couches sous-jacentes. Elle a ensuite été détectée jusqu'au 6 avril, toujours uniquement dans la couche 0-10 cm. Les échantillons prélevés les 13 et 20 avril n'ont plus révélé de trace de ce produit (DT50 sol 13.3 jours).

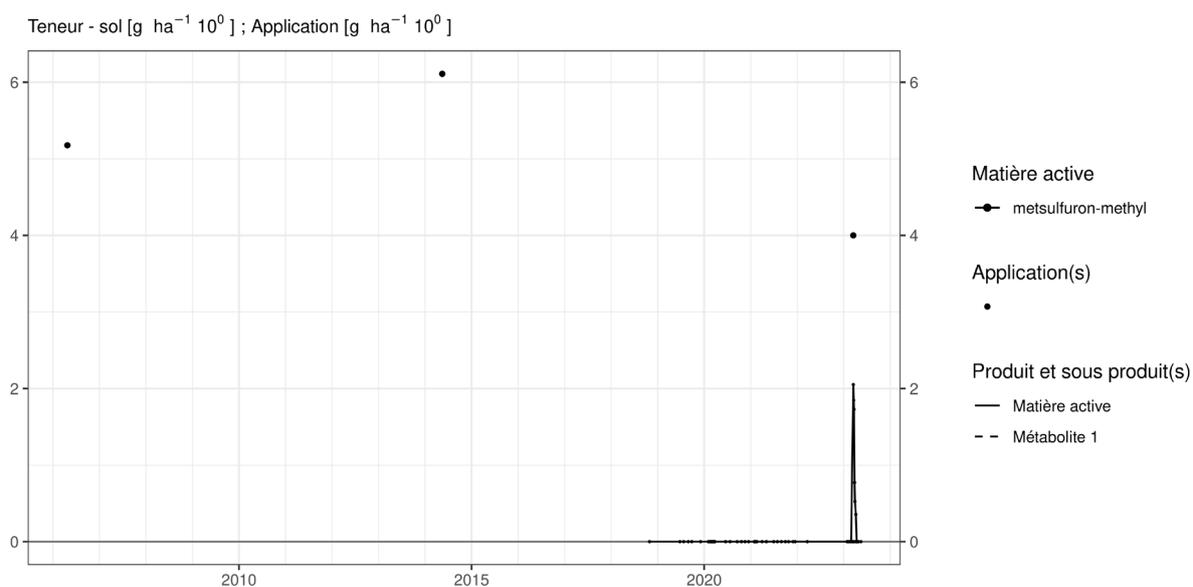


Figure 315. Applications et suivi de la teneur en metsulfuron-méthyl dans la parcelle SR16.

Le metsulfuron-méthyl n'a pas été détecté dans les échantillons d'eau collectés à l'exutoire des lysimètres (cf. § 14.42).

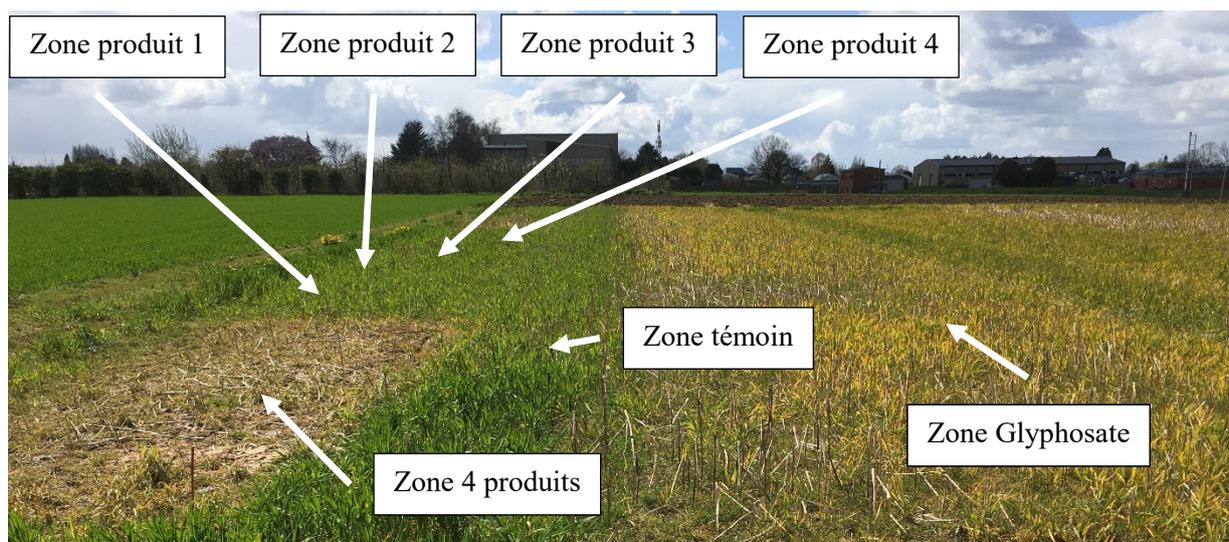
#### 16.4.6 Résultats agronomiques

L'effet des produits sur le couvert n'a pas été jugé performant pour l'ensemble des produits, excepté pour l'Agil qui a permis une bonne destruction des repousses de froment ainsi que des adventices de type graminées. Par contre, de par son spectre d'action uniquement basé sur les graminées, l'Agil n'a pas eu d'effet sur les dicotylées présentes.

La pulvérisation au-dessus des lysimètres à quant à elle montré une destruction totale du couvert montrant peut-être un effet synergique lorsque les produits sont pulvérisés ensemble (photo ci-dessous prise le 13 avril 2023).

Les conditions de température peu élevées mais néanmoins normales de ce printemps n'étaient pas propice aux herbicides. Cela peut expliquer le manque d'efficacité de certains produits.

Par contre, le témoin glyphosate pulvérisé sur la terre le 28 mars, soit 11 jours après l'application des quatre produits, a montré une bonne efficacité indiquant qu'il reste efficace même dans des conditions de températures non optimales.



## 16.5 Conclusions

Le suivi du glyphosate et de l'AMPA dans le sol a permis de constater que la matière active est rapidement décomposée :

- pour le traitement d'été (août 2018), au bout de quelques semaines, il ne reste qu'environ  $15 \text{ g} \cdot \text{ha}^{-1}$  sur les  $1800 \text{ g} \cdot \text{ha}^{-1}$  apportés lors du traitement. La concentration en AMPA est équivalente ou légèrement supérieure ;
- pour le traitement de printemps (mars 2019), au bout de quelques mois (fin juillet), il ne reste qu'environ  $7 \text{ g} \cdot \text{ha}^{-1}$  sur les  $1800 \text{ g} \cdot \text{ha}^{-1}$  apportés lors du traitement. La concentration en AMPA est équivalente ou légèrement supérieure.

L'analyse des échantillons d'eau collectés au cours de l'hiver 2018-2019 et 2019-2020 n'a jamais révélé de concentration en glyphosate et AMPA supérieure à la LOQ (respectivement  $0.5$  et  $0.2 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ).

Dans un contexte pluviométrique normal (80 mm de pluie en 30 jours) de l'expérimentation, les observations réalisées sur les cinq matières actives ciblées (florasulam, halauxifène-méthyl, pyraflufen-éthyl, propaquizafop et metsulfuron-méthyl) ont montré une absence ou une non-quantification de flux sous 10 cm de sol et la non-quantification de ces matières dans le mois qui suit le traitement.

Ces observations sont globalement similaires à celles réalisées lors d'une précédente expérimentation (2019) avec du glyphosate. Il convient cependant de tempérer le propos en précisant que la LOQ des matières actives testées en 2023 est de l'ordre de  $0,4 \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$  alors que la LOQ du glyphosate est de l'ordre de  $40 \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ . En réalité, il est donc possible que le glyphosate soit présent dans le sol en quantité supérieure à celles quantifiées pour les matières actives testées en 2023.

En ce qui concerne l'efficacité agronomique des traitements, il apparaît qu'individuellement, ces produits sont peu efficaces et moins efficaces que le glyphosate.

# 17 Annexe 6 : Evaluation du désherbage mécanique en culture de céréales avec ou sans combinaison avec du désherbage chimique – années 2019 et 2020

## 17.1 Dispositif expérimental

Dans un souci de caractériser l'efficacité des méthodes disponibles actuellement pour réduire l'utilisation du glyphosate post récolte froment, cette expérimentation comporte des modalités croisant l'utilisation de la herse étrille selon différentes intensités (0, 1, 2 et 3 passages) et l'utilisation d'herbicides sélectifs suivant différentes doses d'application (0, 1/2 dose et pleine dose). Cette expérimentation est menée en petites parcelles d'expérimentations (2 x 8 m) selon un dispositif expérimental en quatre répétitions, sur les parcelles de la ferme expérimentale de Gembloux Agro Bio-Tech. Cette expérimentation comporte 24 modalités différentes (figure 316).

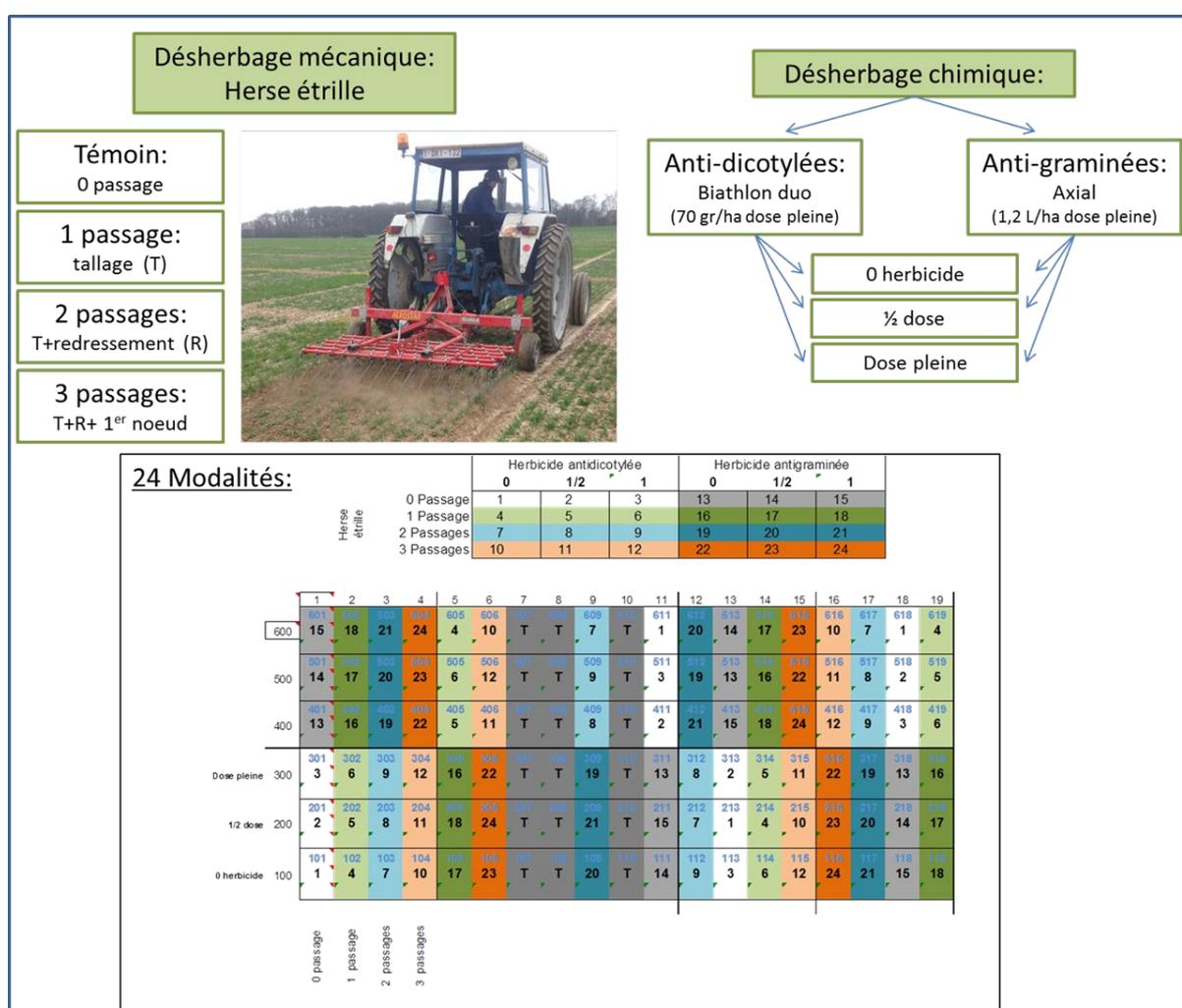


Figure 316. Expérimentation désherbage Sol-Phy-Ly. Protocole expérimental 2019 & 2020.

Afin de déterminer l'efficacité de chaque système sur les deux familles d'adventices (graminées et dicotylédones), l'utilisation d'herbicides sélectifs anti-graminées et d'herbicides sélectifs anti-dicotylées a été choisie pour constituer les deux grandes parties de l'expérimentation. Pour les essais des années

culturales 2018-2019 et 2019-2020, les choix se portent sur la formule commerciale Axial pour l'anti-graminées (50g/l pinoxaden et 12.5 g/l cloquintocet-mexyl) et Biathlon duo pour l'anti-dicotylées (71.4% tritosulfuron et 5.4% florasulam).

**Tableau 45. Récapitulatif des activités d'observation et de traitement pour l'expérimentation désherbage 2019-2020.**

Date	Activités		Stade
30/03/2021	Passage herse étrille et houe rotative (Tallage)	P1	plein tallage
31/03/2021	Désherbage chimique		plein tallage
01/04/2021	Passage herse étrille sur modalité houe+herse (Tallage)	P1	plein tallage
16/04/2021	Passage herse étrille tallage redressement	P2	Redressement

*Les P correspondent aux passages de l'outil herse étrille sur les parcelles.*

## 17.2 Observations

### 17.2.1 *Année culturale 2018-2019*

L'ensemble des observations réalisées sur ces essais concernent la caractérisation du développement des cultures et des adventices au cours de la période végétative et la caractérisation des paramètres de rendements aux termes de la culture (tableau 46).

Les mesures réalisées concernent :

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

**Tableau 46. Récapitulatif des activités d'observation et de traitement pour l'expérimentation désherbage Sol-Phy-Ly 2018-2019.**

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

### 17.2.2 *Année culturale 2019-2020*

Les observations réalisées sur ces essais pour l'année culturale 2019-2020 ont pour objectifs de caractériser le développement des adventices et de la céréale pendant la phase végétative, ainsi que de déterminer le rendement du froment au terme de la culture. Les dates auxquelles ont été réalisées ces observations sont présentées dans le tableau 47.

Les mesures réalisées concernent:

- le relevé des adventices pour chaque modalité au sein de quadrats de 0,25m<sup>2</sup>. Il est réalisé par espèce d'adventices. Elles sont dénombrées ainsi que caractérisées. Les relevés devaient être réalisés avant la première intervention de désherbage et après celles de désherbage effectuées sur les parcelles. Malheureusement à cause de la covid-19, aucun comptage n'a été effectué avant la première intervention de désherbage et seul un comptage a été réalisé à la fin de l'ensemble des interventions de désherbage. Cette contrainte rend l'interprétation des résultats plus délicate puisqu'aucune information concernant la population d'adventices initiales au sein des différentes parcelles n'a pu être collectée.
- L'identification des stades de développement du froment (échelle BBCH) et de son état sanitaire.
- La mesure du rendement en grains.

**Tableau 47. Récapitulatif des activités d'observation et de traitement pour l'expérimentation désherbage Sol-Phy-Ly 2019-2020.**

Date	Activités 2019-2020		Stade
23/03/2020	Passage herse étrille tallage	<b>P1</b>	plein tallage
16/04/2020	Passage herse étrille tallage redressement	<b>P2</b>	Redressement
27/04/2020	Désherbage chimique		1er nœud
05/05/2020	Passage herse étrille 1er nœud	<b>P3</b>	1er nœud
22/06/2020	Comptage adventices		Grains aqueux

### 17.3 Résultats de l'année culturale 2018-2019

Les résultats illustrent l'impact des traitements sur :

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

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

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

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

#### 17.3.1 *Evolution des populations d'adventices*

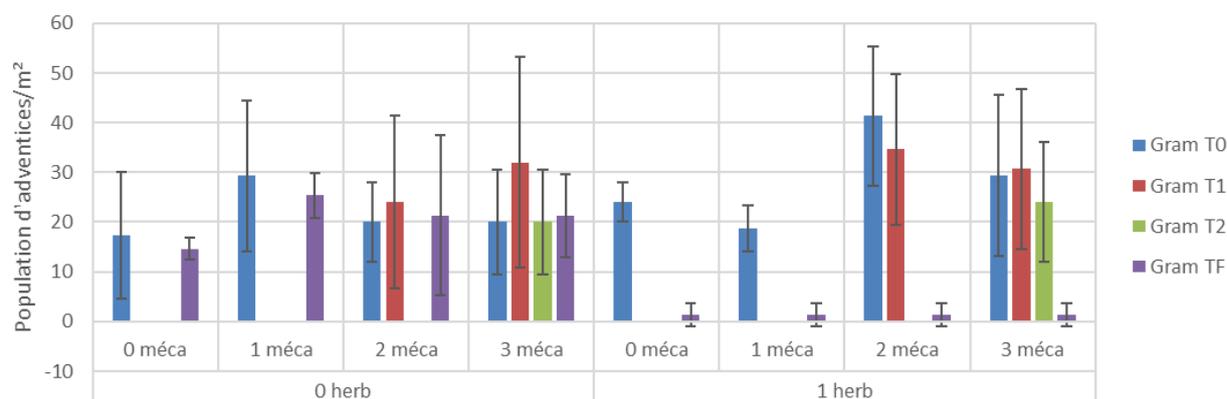
Les résultats sont issus des comptages réalisés après chaque passage de herse étrille ainsi qu'au terme de l'expérimentation. Les résultats font apparaître différentes efficacités des techniques mécaniques et

chimiques en lien avec leur appartenance avec la famille des graminées ou des dicotylées. Pour cela, les résultats seront présentés par famille d'adventices.

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

### 17.3.1.1 La gestion des graminées

Les comptages réalisés au sein de chaque parcelle font apparaître des différences et tendances en lien avec les techniques de désherbage utilisées. Malgré une grande variabilité, les recensements de graminées montrent une efficacité significativement supérieure pour la technique de désherbage chimique (anti-graminées) par rapport à l'utilisation de la herse étrille (figure 317).



(T0, T1, T2, T3 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille, après les 1, 2, 3 passages et au terme de l'expérimentation)

**Figure 317. Evolution des populations de graminées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-graminées, expérimentation de désherbage 2018-2019.**

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

En ce qui concerne l'utilisation du désherbage chimique de type anti-graminées, l'effet est bien marqué avec une efficacité quasi-totale retrouvée pour chacune des modalités concernées. Cette efficacité se marque tant pour l'utilisation à dose pleine du pesticide qu'à demi dose. Aucune différence n'est à relever entre la demi dose et la pleine dose en termes d'efficacité (figure 318).

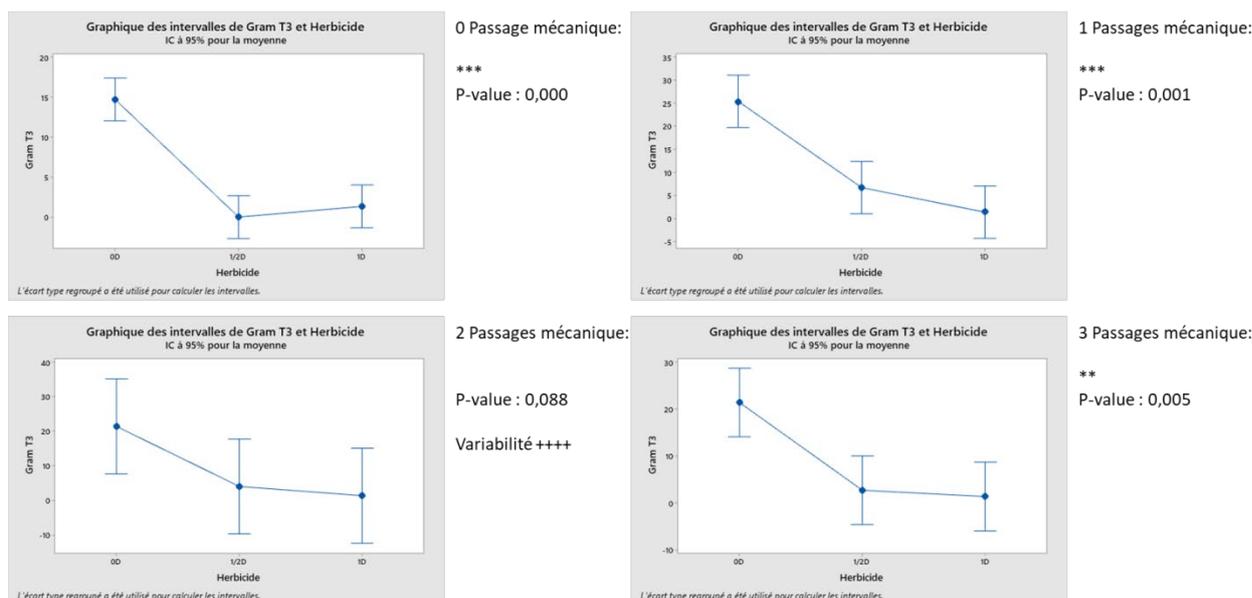
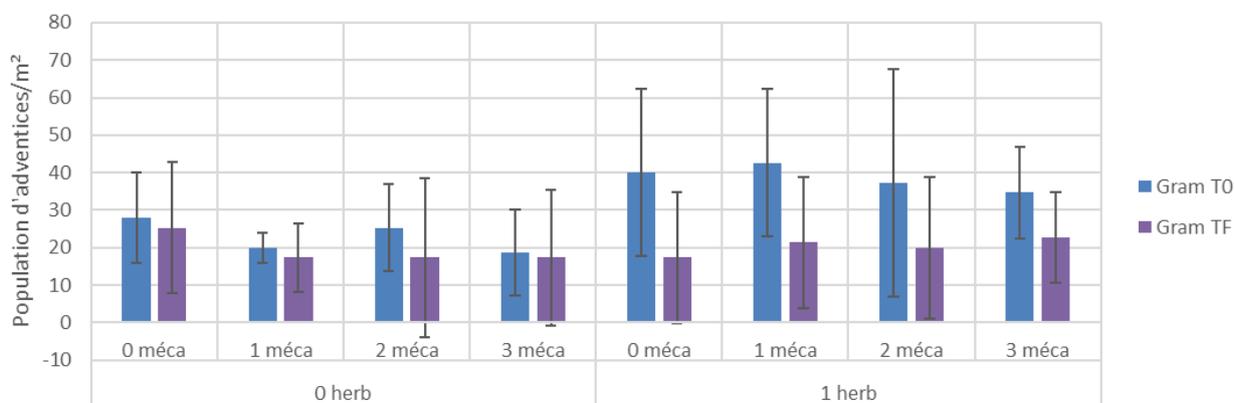


Figure 318. Efficacité de l'utilisation de l'herbicide anti-graminées en fonction de l'utilisation de la herse étrille. Expérimentation de désherbage 2018-2019.

En parallèle à ces résultats, l'utilisation de l'herbicide anti-dicotylées dans nos essais permet également d'apprécier l'effet que peut avoir ce dernier sur les populations de graminées et de sa sélectivité (figure 319). Les résultats des comptages de graminées montrent que l'utilisation ou non d'un anti-dicotylées ne fait apparaître aucune différence sur les populations présentes. La sélectivité recherchée par notre choix envers l'anti-dicotylées Biathlon Duo® est adaptée et retrouvée.



T0 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille et au terme de l'expérimentation.

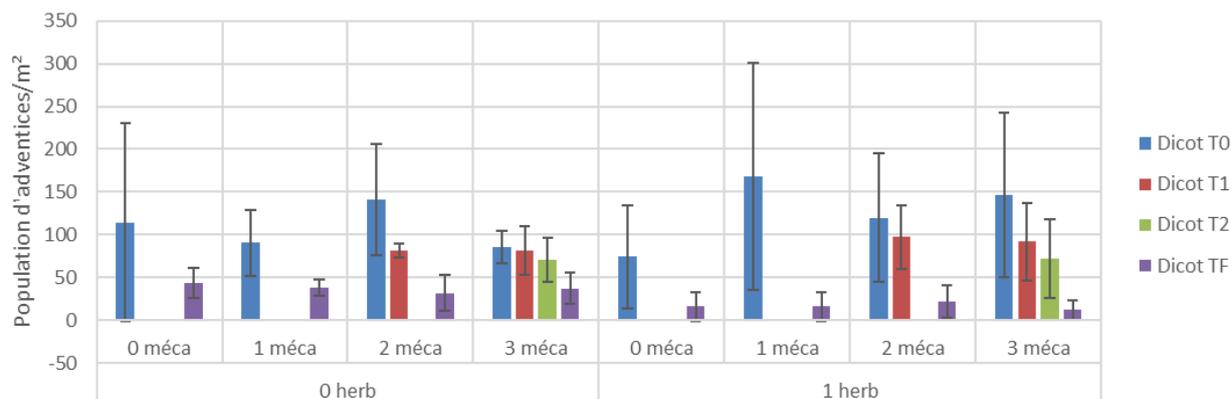
Figure 319. Evolution des populations de graminées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-dicotylées, expérimentation de désherbage 2018-2019.

### 17.3.1.2 La gestion des dicotylées

En ce qui concerne les populations de dicotylées, les tendances sont différentes de celles mises en évidence au sein des populations de graminées (figure 320). Dans ce cas, l'utilisation de l'outil herse étrille est plus efficace que sur graminées. L'effet de cet outil se marque pour toutes les modalités que ce soit en un passage unique ou trois passages.

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

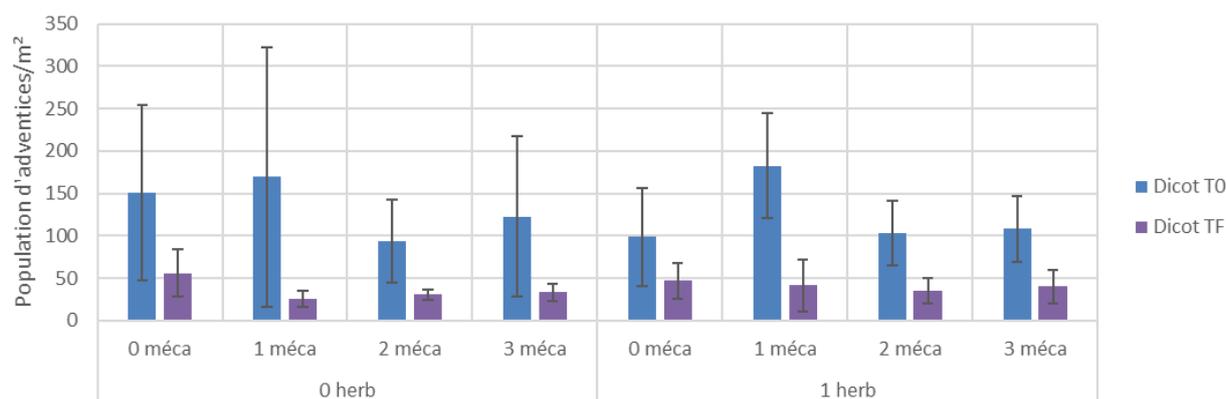
L'efficacité de ces deux techniques présente une légère tendance supérieure pour le chimique. Toutefois, la grande variabilité entre les différents quadrats suivis ne permet pas de faire apparaître de quelconques différences significatives d'un point de vue statistique.



T0, T1, T2, T3 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille, après les 1, 2, 3 passages et au terme de l'expérimentation.

**Figure 320. Evolution des populations de dicotylées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-dicotylées, expérimentation de désherbage 2018-2019.**

En parallèle à ces résultats, l'utilisation de l'herbicide anti-graminée dans nos essais permet également d'apprécier l'effet que peut avoir ce dernier sur les populations de dicotylées et de sa sélectivité (figure 321). Les résultats générés par les comptages de dicotylées montrent que l'utilisation ou non d'un anti-graminées ne fait apparaître aucune différence sur les populations présentes. La sélectivité recherchée par notre choix de l'anti-graminées Axial® est donc adaptée et retrouvée.



T0 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille et au terme de l'expérimentation.

**Figure 321. Evolution des populations de dicotylées en lien avec l'utilisation du désherbage mécanique et/ou chimique anti-graminées, expérimentation de désherbage 2018-2019.**

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

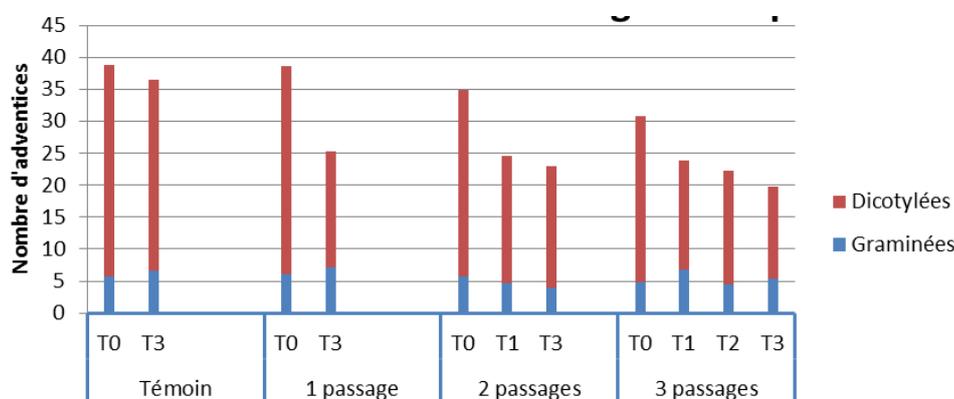
Les comptages réalisés pour chaque famille d'adventices au rythme des opérations de désherbage font apparaître un intérêt pour chacune de ces techniques. En moyenne et au vu des conditions de l'année, la réalisation de passages de herse étrille permet une gestion du pool adventice, principalement pour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

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

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

En ce qui concerne le nombre de traitements mécaniques, les populations de dicotylées ne montrent pas de variation plus marquée lorsque deux passages de herse sont réalisés (au stade tallage et au stade redressement) (figure 322). Nous remarquons en effet une baisse moyenne des populations de dicotylées d'environ 33% au sein des parcelles concernées par un seul passage au tallage. La réalisation d'un second passage au stade redressement n'a pas permis de baisser significativement ces populations. Dans ce cas, un troisième passage semble confirmer la tendance engagée par le premier passage.

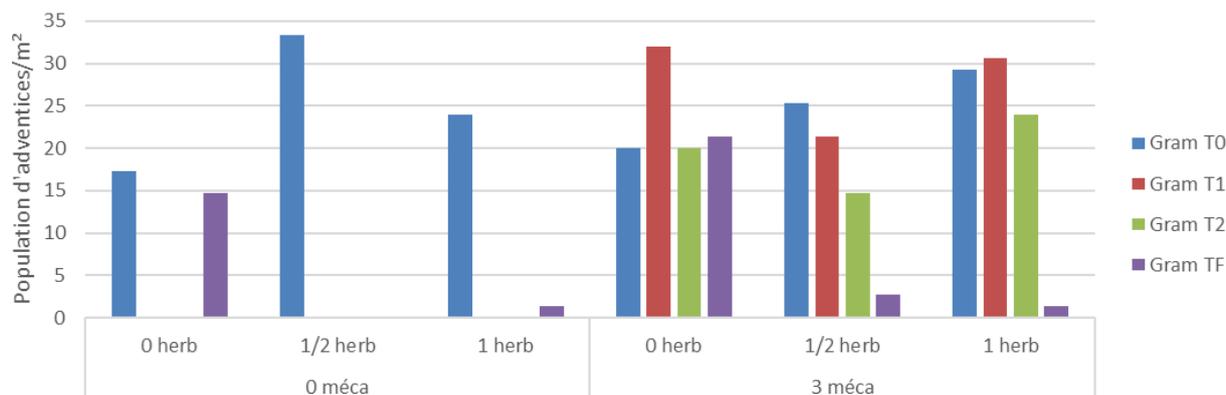
En ce qui concerne les populations de graminées, nous remarquons un intérêt plus marqué pour la réalisation du second passage de herse étrille au stade redressement. Dans le cas de ces adventices, nous remarquons une tendance inverse sur leur population lorsqu'un passage de herse étrille est réalisé au stade tallage. Cette tendance confirme les observations de terrain faisant apparaître de nouvelles levées de graminées après le premier passage. La réalisation d'un second passage au stade redressement permet quant à lui de diminuer ces populations de graminées de manière à retrouver des quantités d'individus similaires ou légèrement plus faibles que lors du premier comptage au temps 0 (T0). La réalisation d'un troisième passage au stade 1<sup>er</sup> nœud complète les résultats précédents. Pour cette modalité en 3 passages, nous observons une diminution générale des populations avec un bilan moyen de près de 50% pour les dicotylées et de 20 % pour les graminées.



T0 à T3 correspondent aux dates de comptages. Expérimentation désherbage 2018-2019.

Figure 322. Dynamique des populations d'adventices au sein des modalités sans désherbage chimique (nombre d'adventices recensées par quadrats de  $\frac{1}{4}$  m<sup>2</sup>).

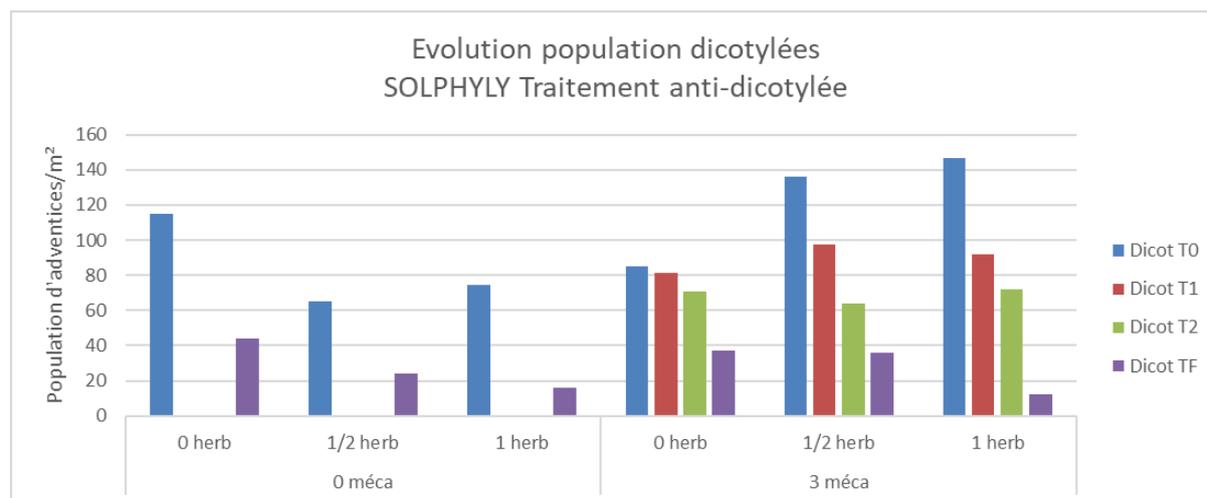
Les modalités de désherbage chimique montrent également leur intérêt avec une efficacité bien présente et ce, malgré la date de réalisation avancée dans nos essais. Cette efficacité est en lien avec leur spectre d'action. Les comptages d'adventices permettent de montrer néanmoins l'intérêt de réaliser ces applications à des stades végétatifs peu développés des adventices et principalement pour la famille des dicotylées. Malheureusement, les contraintes de l'expérimentation en place ont conduit à un traitement plus tardif pour cette année 2018-2019. Les essais mettent en évidence une efficacité quasi totale pour l'application de l'anti-graminées et ce qu'il s'agisse de l'application à demi dose ou à pleine dose de l'Axial® (moyennes respectives 95% et 98% d'efficacité) (figure 323).



T0, T1, T2 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille, après les 1, 2 passages et au terme de l'expérimentation.

**Figure 323. Dynamique des populations de graminées. Nombre d'adventices par m², expérimentation de désherbage 2018-2019.**

Le traitement anti-dicotylées montre une efficacité moindre que le traitement anti-graminées : l'application de Biathlon Duo® à demi dose et à pleine dose n'engendre respectivement qu'une diminution moyenne de 68% et 85 % des populations de dicotylées (figure 324). Dans ce cas, nous remarquons une différence non négligeable de l'effet de la dose appliquée, qui au vu des résultats de l'anti-graminées, nous pose la question de savoir si cet effet pourrait être lié aux conditions non-optimales de cette application. Cette observation complète les connaissances actuelles sur l'intérêt des doses en fonction des conditions d'application, qui sont également à lier avec les risques de résistances des adventices, qui peuvent découler des faibles doses.



T0, T1, T2 et TF correspondent aux comptages avant passage de herse étrille, après les 1, 2 passages et au terme de l'expérimentation.

**Figure 324. Dynamique des populations de dicotylées. Nombre d'adventices par m², expérimentation de désherbage 2018-2019.**

### 17.3.2 Impact du désherbage sur le rendement du froment

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

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

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

Les résultats enregistrés à la moisson pour les parcelles concernées par l'utilisation de l'anti-graminées font apparaître un effet positif sur le rendement pour les parcelles concernées par l'utilisation de l'herbicide et ce, que le désherbage mécanique ait été réalisé ou non (figure 325). Cet effet est d'autant plus marqué au sein du témoin, sans utilisation de la herse étrille, seul objet où l'analyse statistique fait apparaître une différence significative entre le témoin et l'utilisation à pleine dose de l'Axial® (figure 326). L'observation de ces tendances plus marquées au sein des parcelles n'ayant pas reçu de désherbage mécanique se justifie par l'effet supplémentaire que peut apporter ce dernier sur les adventices et la compétition qu'elles occasionnent. De ce fait, l'effet du désherbage chimique se dilue et se mêle à l'effet du désherbage mécanique.

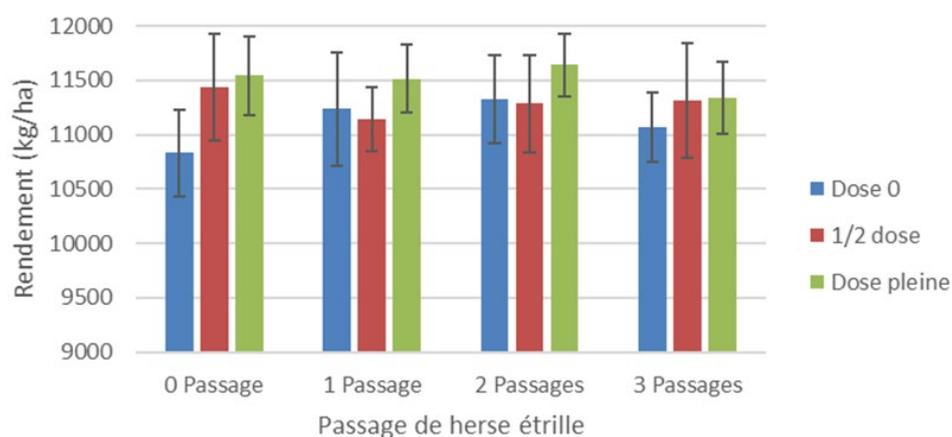
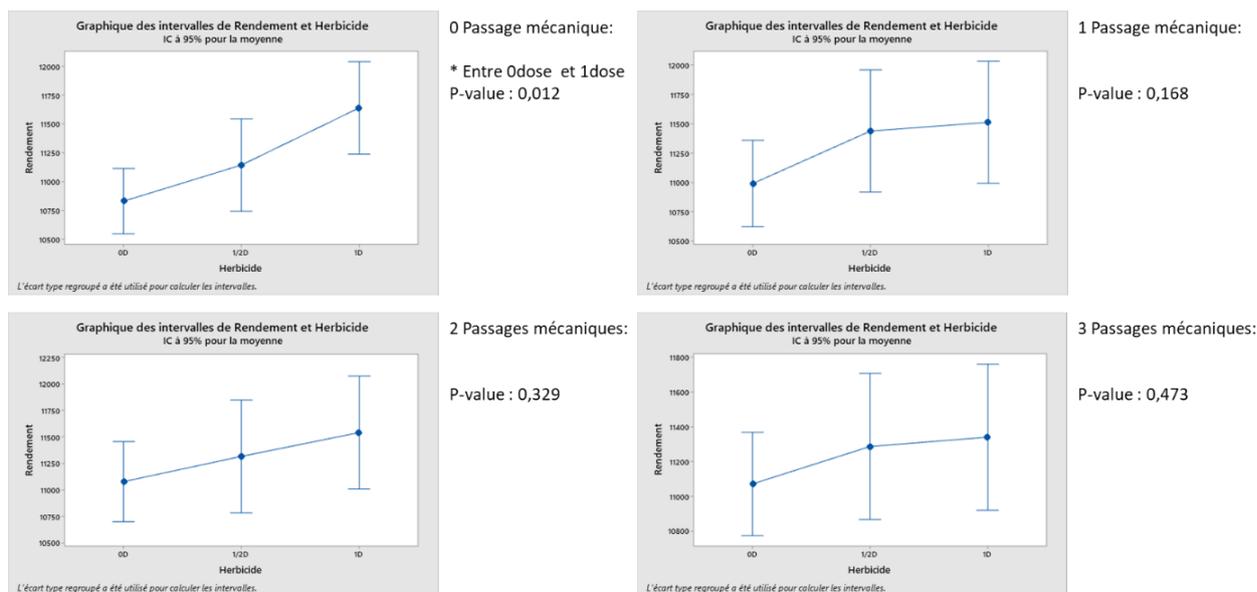


Figure 325. Résultats rendement au sein des modalités concernées par l'application de l'anti-graminées (en kg de grains par hectare), expérimentation de désherbage 2018-2019.



**Figure 326. Efficacité de l'herbicide anti-graminées en fonction de l'utilisation de la herse étrille sur le rendement en grains. Expérimentation de désherbage 2018-2019.**

En ce qui concerne l'impact du désherbage mécanique sur le rendement, les mêmes tendances sont observées (figure 327) : les résultats enregistrés au sein des parcelles témoins, sans application d'herbicide, illustrent l'intérêt que représente le désherbage mécanique pour le rendement. Ces effets sont liés d'une part à la suppression d'adventices (toutes confondues) et d'autre part, à l'effet de ces outils sur la structure du sol : lorsque le sol est « glacé » et refermé à la sortie d'hiver, la réalisation d'un désherbage mécanique peut permettre une aération du sol, favorable au développement des cultures en place ainsi qu'à l'activité de la microfaune sol.

Toutefois l'utilisation du désherbage mécanique reste une opération ayant des impacts sur la culture en place (arrachement de plantes) qu'il faut gérer au mieux grâce à un réglage adapté de l'outil utilisé. Nous remarquons ainsi, sans utilisation d'herbicides, que l'utilisation de la herse étrille a un impact positif sur le rendement lorsqu'il est réalisé mais que si l'intensité d'utilisation de l'outil est poussée, cet effet s'atténue. Cette observation confirme d'autres expérimentations déjà menées à Gembloux, qui mettent en évidence l'impact négatif que peut avoir une utilisation trop agressive, trop fréquente ou encore réalisée à des stades trop avancés de la culture en place (après le 1<sup>er</sup> nœud pour le cas d'une céréale) d'un désherbage mécanique.

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

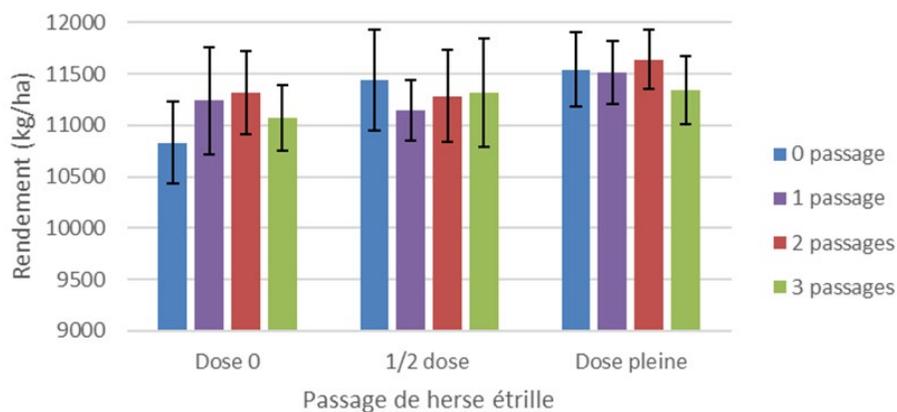
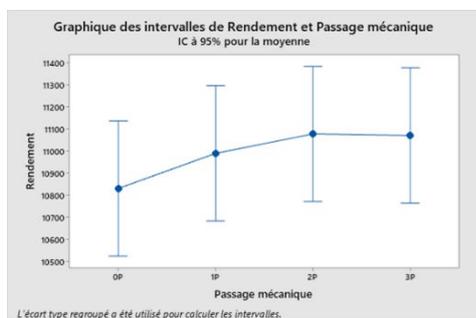
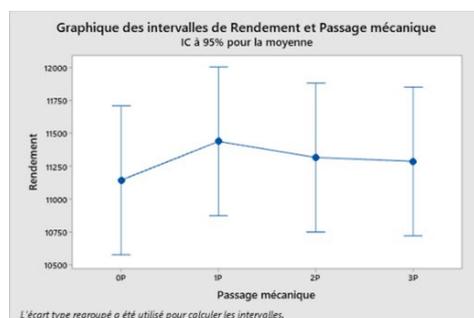


Figure 327. Résultats rendement au sein des modalités concernées l'utilisation de la herse étrille croisée à l'anti-graminées (en kg de grains par hectare), expérimentation de désherbage 2018-2019.



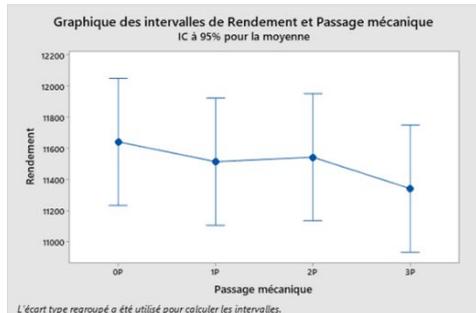
0 dose:

P-value : 0,626



1/2 dose:

P-value : 0,883



1 dose:

P-value : 0,725

Figure 328. Efficacité de l'utilisation de la herse étrille en fonction de l'utilisation de l'anti-graminées sur le rendement en grains. Expérimentation de désherbage 2018-2019.

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

Les tendances observées à la récolte au sein des modalités concernées par l'utilisation de l'anti-dicotylées sont moins marquées que pour la précédente thématique, à l'image des résultats enregistrés par le recensement des adventices (figure 329).

De manière générale, nous remarquons également le niveau de rendement moyen de ces parcelles, nettement plus faible que ceux recensés par la thématique sur les graminées. Cette observation est à l'image des parcelles témoins de la partie précédente et découle de la sélectivité des techniques de désherbage, tant mécanique que chimique. Les recensements d'adventices mettent bien en évidence l'infestation importante de graminées au sein des parcelles de cette thématique. L'intérêt de l'utilisation de Biathlon Duo® est très faible voire absente pour le rendement, à l'exception des parcelles n'ayant pas été concernées par le désherbage mécanique (figure 330).

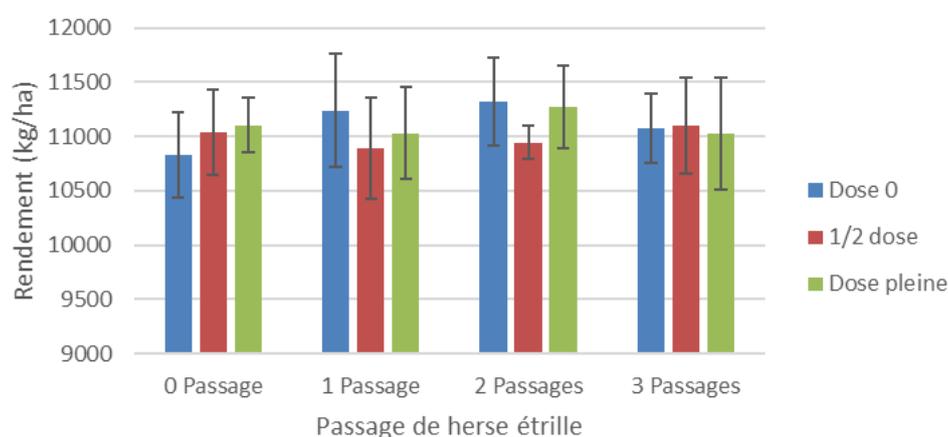


Figure 329. Résultats rendement au sein des modalités concernées par l'application de l'anti-dicotylées (en kg de grains par hectare), expérimentation de désherbage 2018-2019.

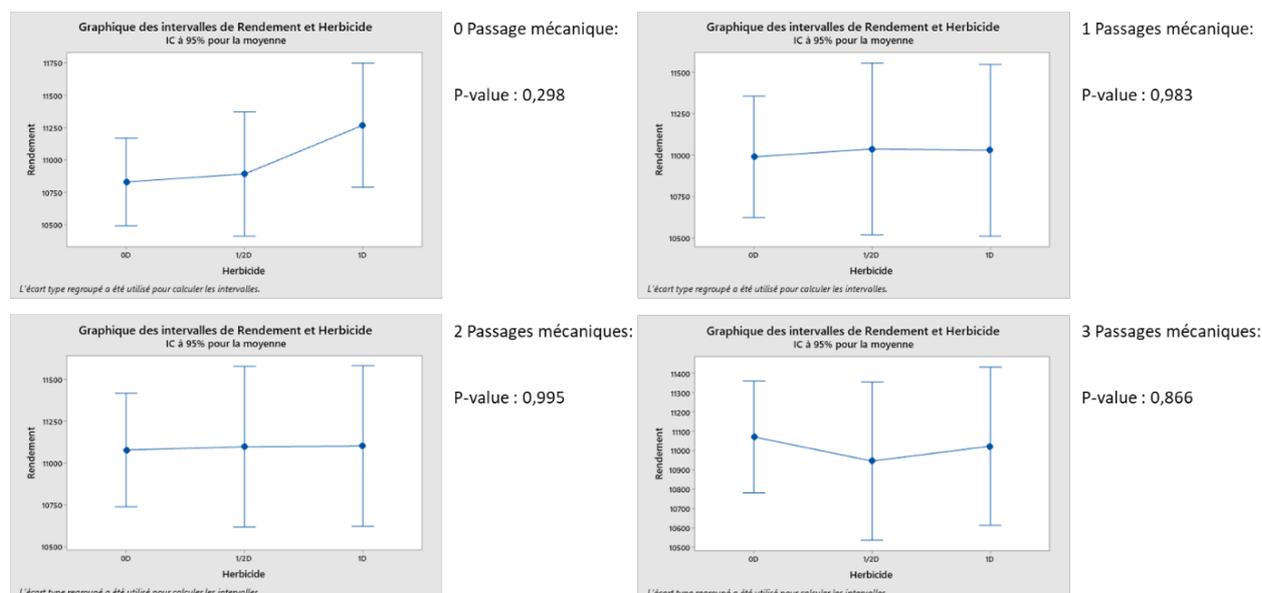


Figure 330. Efficacité de l'herbicide anti-graminées en fonction de l'utilisation de la herse étrille sur le rendement en grains. Expérimentation de désherbage 2018-2019.

En ce qui concerne l'utilisation de la herse étrille, les observations montrent à nouveau un intérêt marqué essentiellement au sein des parcelles sans désherbage chimique et ce, même si l'efficacité de ce dernier

n'était pas optimale. Les tendances générées rejoignent les précédentes sur l'impact positif ou négatif que peut avoir l'utilisation d'outil de désherbage mécanique (figure 331 et figure 332).

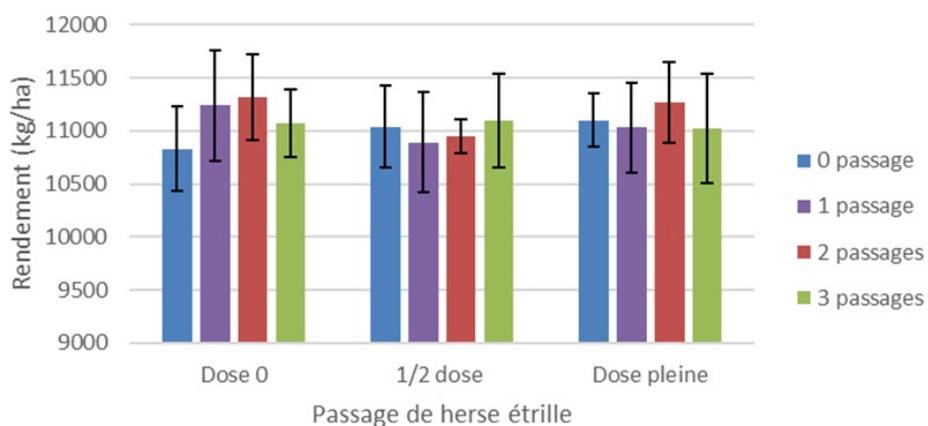


Figure 331. Résultats rendement au sein des modalités concernées par l'utilisation de la herse étrille croisée à l'anti-dicotylées (en kg de grains par hectare), expérimentation de désherbage 2018-2019.

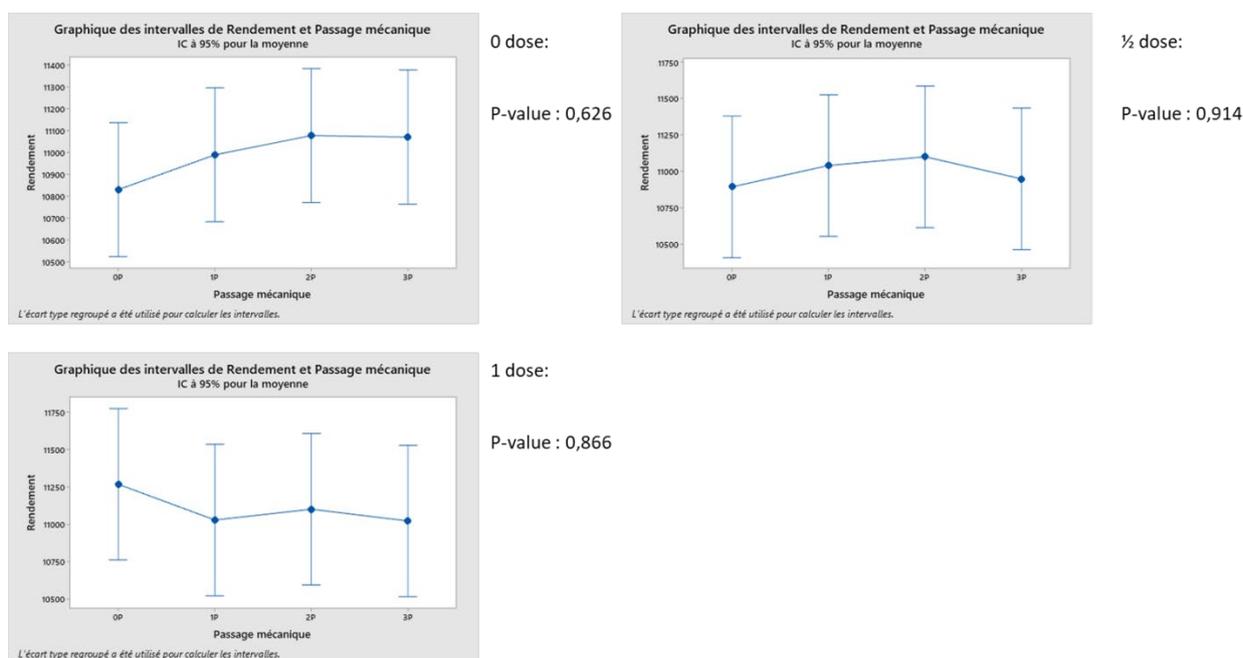


Figure 332. Efficacité de l'utilisation de la herse étrille en fonction de l'utilisation de l'anti-dicotylées sur le rendement en grains. Expérimentation de désherbage 2018-2019.

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

Les résultats mettent en avant l'intérêt positif que représente chaque technique pour la gestion des adventices et l'impact occasionné sur le rendement. Nous remarquons un effet positif pour chaque méthode, s'atténuant ou se complétant lorsque les deux techniques sont croisées (tableau 48).

**Tableau 48. Impact des techniques de désherbage mécanique et/ou chimique sur le rendement moyen par rapport au témoin.**

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

*Le rendement moyen des témoins (case blanche) est exprimé en kg de grains.ha<sup>-1</sup>, tout comme les gains repris dans chacune des cases, propres à chaque modalité.*

## 17.4 Résultats de l'année culturale 2019-2020

Les conditions météorologiques du printemps 2020 ont permis le passage de la herse étrille aux stades prévus par le protocole (tallage, redressement, 1<sup>er</sup> nœud). Le printemps étant exceptionnellement sec, il a été possible de passer l'outil dans des conditions idéales (sol bien réessuyé avant le passage de l'outil suivi d'un temps sec dans les 48 heures). Grâce à ces conditions, le repiquage d'adventices arrachées par le passage de la herse fut limité.

De plus, entre le premier et le second passage de herse, il n'y a pas eu de précipitations, et de très faibles pluies ont été observées entre le deuxième et le troisième passage. Ces conditions sèches ont limité fortement les nouvelles levées d'adventices.

L'ensemble de ces conditions ont permis une efficacité suffisante de la herse.

En ce qui concerne le désherbage chimique, bien que respectant le stade d'application agréé (1<sup>er</sup> nœud) celui-ci aurait gagné en efficacité s'il avait pu être réalisé plus tôt. Toutefois, vu la restriction drastique de l'équipe pour gérer l'ensemble de la ferme expérimentale de Gembloux Agro Bio-Tech pendant le confinement causé par la covid-19, cela n'a pas été possible.

### *17.4.1 Evaluation des populations d'adventices*

Les résultats sont issus d'un comptage unique effectué une fois l'ensemble des opérations de désherbages réalisées. Il n'y a malheureusement pas eu de comptage initial et intermédiaire à cause de la covid-19. Il n'a donc pas été possible d'évaluer la dynamique de réductions du nombre d'adventices au cours du temps.

De même, la variabilité des populations initiales au sein des différentes parcelles n'a pas pu être évaluée. Ceci a pour conséquence d'augmenter le risque de mauvaise interprétation des résultats. Toutefois, la variabilité de l'unique relevé est plus faible qu'en 2018-2019, ce qui pourrait signifier une population d'adventices initiale plus homogène. De plus, le plan expérimental contient différents blocs. Les blocs ont été pris comme un facteur aléatoire dans l'analyse statistique permettant de ce fait de prendre en compte les variabilités pouvant exister entre les différents blocs.

#### **17.4.1.1 La gestion des graminées**

Lors du comptage des populations d'adventices, uniquement cinq parcelles contenaient une graminée dans les quadrats. La terre expérimentale contenait une population en graminée qui peut être considérée comme très faible. Il n'a donc malheureusement pas été possible de réaliser des statistiques sur l'effet du désherbage mécanique couplé ou non à un désherbage chimique sur les graminées. Il faut rappeler que les terres sont gérées en suivant les bonnes pratiques agricoles. Les terres cultivées sont donc en général assez « propres ».

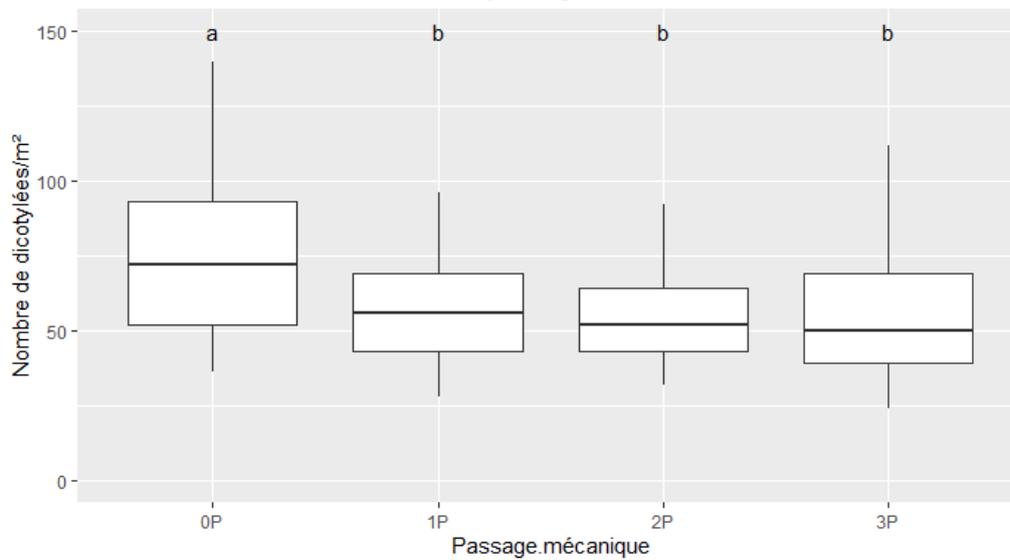
#### **17.4.1.2 La gestion des dicotylées**

En ce qui concerne les populations d'adventices de dicotylées, celle-ci est majoritairement représentée par des coquelicots, du gaillet gratteron, des matricaires camomilles, des renouées des oiseaux, des véroniques et enfin d'un ensemble de dicotylées non identifiées.

De manière à réaliser l'analyse statistique, une transformation logarithmique du nombre total de dicotylées a été effectuée afin de respecter l'homogénéité de la variance et la normalité des résidus.

L'analyse statistique réalisée a mis en évidence une diminution significative de la population d'adventices à la suite d'un désherbage mécanique. Par contre, l'augmentation du nombre de passage de la herse n'a

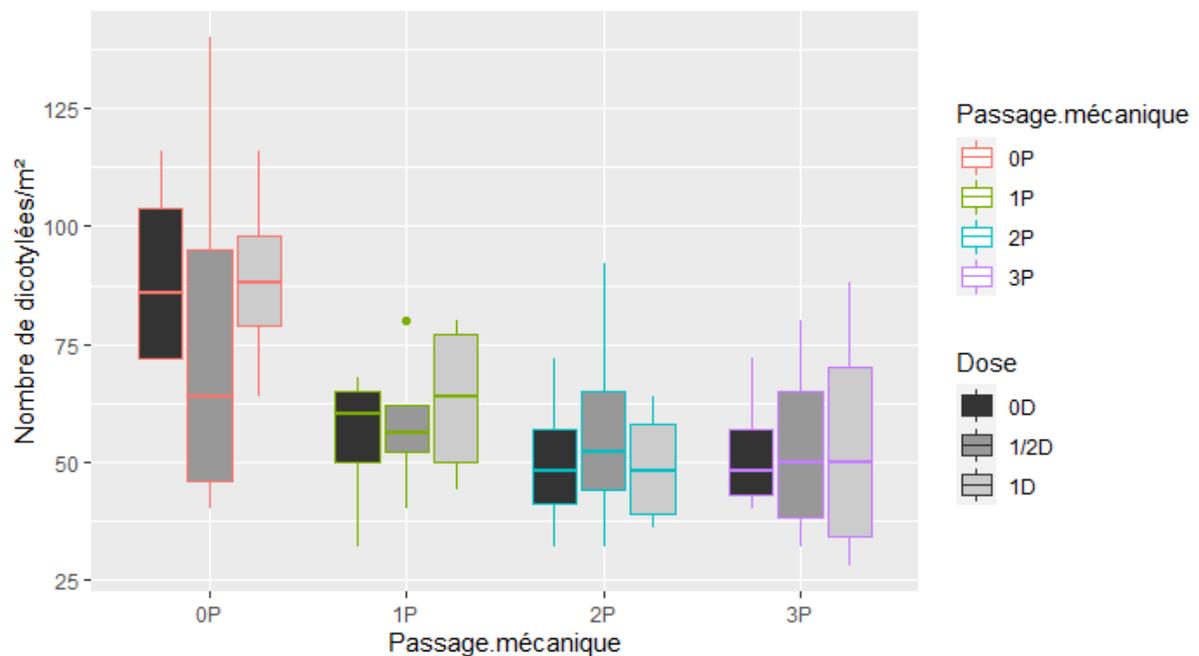
pas permis une diminution supplémentaire des adventices (figure 333). Ces résultats montrent bien l'efficacité de la herse étrille sur les populations de dicotylées dès le premier passage.



Les P correspondent aux passages de l'outil herse étrille sur les parcelles.

**Figure 333. Nombre total de dicotylées en fonction du nombre de passages de herse étrille.**

L'anti-graminée choisie n'a pas eu d'effet sur la population en dicotylée (figure 334) confirmant bien la sélectivité d'action envers les graminées uniquement.



Les P correspondent aux passages de l'outil herse étrille sur les parcelles.

**Figure 334. Nombre total de dicotylées en fonction de la dose d'anti-graminée et du nombre de passages de herse étrille.**

Afin de déterminer l'effet du désherbant anti-dicotylée croisé ou non à un désherbage mécanique, une analyse plus approfondie a été réalisée sur uniquement l'ensemble des modalités des anti-dicotylées.

Pour permettre une meilleure comparaison de la population d'adventices selon les modalités, la population de chaque parcelle a été comparée au témoin du même bloc.

Concernant le témoin du premier bloc, sa valeur a été remplacée par la moyenne des trois autres témoins car le nombre initial d'adventices dans cette parcelle était anormalement faible.

La transformation ci-dessous a été réalisée :

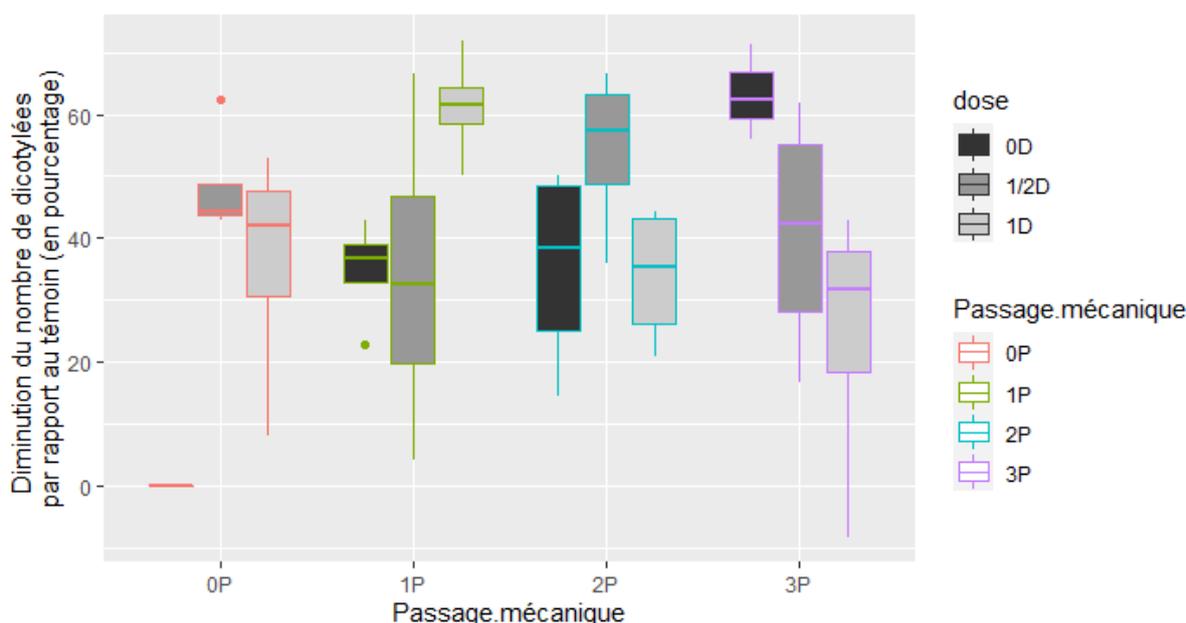
$$\frac{(\text{Nombre de dicotylées}_{\text{Témoin bloc}} - \text{Nombre de dicotylées}_{\text{parcelle bloc}})}{\text{Nombre de dicotylées}_{\text{Témoin bloc}}} * 100$$

Cette transformation permet donc d'avoir un pourcentage de réduction du nombre d'adventices par rapport au témoin n'ayant subi aucune opération de désherbage.

Après analyse du jeu de données, une parcelle jugée comme « outliers » a été retirée du jeu de données.

Un effet croisé entre la dose de l'anti-dicotylée et le passage mécanique a été observé.

Le passage de la herse ainsi que le désherbage chimique avec l'anti-dicotylée induisent une réduction significative du nombre d'adventices par rapport au témoin. Le désherbage chimique seul a permis une réduction d'environ 40% par rapport aux parcelles non désherbées. Il n'y a pas de différence visible quant à l'utilisation de l'herbicide à une demi-dose et à une dose pleine. De plus, le seul passage de la herse étrille permet une réduction de la flore d'adventices du même ordre de grandeur que le désherbage chimique. Concernant les modalités croisées (mécanique et chimique), il n'y a pas de tendance claire d'une réduction plus élevée de la population d'adventices par rapport à un désherbage uniquement mécanique ou uniquement chimique (figure 335).



Les P correspondent aux passages de l'outil herse étrille sur les parcelles.

**Figure 335. Diminution du nombre de dicotylées par rapport au témoin (en pourcentage) en fonction du nombre de passage mécanique et de la dose d'anti-dicotylée.**

### 17.4.1.3 Synthèse du comptage : la gestion des adventices par la technique mécanique et/ ou chimique.

Le comptage pour chaque famille d'adventices sur l'ensemble des opérations de désherbage a montré une population caractérisée quasi exclusivement par la présence de dicotylées. Dans de telles conditions, l'usage d'un herbicide anti-graminée perd de son sens. Cela rappelle bien l'importance d'aller observer avant une opération de désherbage la population d'adventices présente au sein même de chaque parcelle et de ne pas réaliser un « schéma unique » répliquable à toutes les parcelles.

Au vu des conditions météorologiques de l'année 2019-2020, un unique passage de la herse étrille a permis une bonne gestion du pool d'adventices. En effet, il n'y a pas eu de différence significative du nombre de dicotylées entre 1, 2 ou 3 passages. L'efficacité du désherbage mécanique est identique à l'efficacité d'un herbicide anti-dicotylée.

Cependant l'efficacité de la herse pourrait être encore améliorée. En effet, le sol était légèrement « glacé », ce qui n'a pas permis un travail idéal de la herse étrille à cause de l'apparition de chemin préférentiel (figure 336). Suite à cela, le travail ne fut pas homogène sur la surface du sol entraînant un arrachage hétérogène des adventices. De plus, à cause des contraintes liées au dispositif expérimental (parcelle trop petite), il n'est pas possible de réaliser un passage de herse croisé, ce qui est pourtant préconisé pour améliorer l'efficacité de la herse.



Figure 336. Photo des sillons préférentiels creusés par la herse étrille.

Le désherbage chimique anti-dicotylée a permis une réduction du nombre d'adventices que ce soit à une demi-dose ou à une dose pleine. Toutefois l'efficacité aurait été améliorée si celui-ci avait été réalisé plus tôt dans la saison, à un moment où les adventices sont moins développées. Malheureusement à cause de la covid-19, cela n'a pas été possible.

Dans de telles conditions et dans une optique de réduction des produits phytopharmaceutiques, l'utilisation de la herse à un passage unique semble le choix à privilégier pour le désherbage du froment.

#### 17.4.1.4 Impact du désherbage sur le rendement du froment

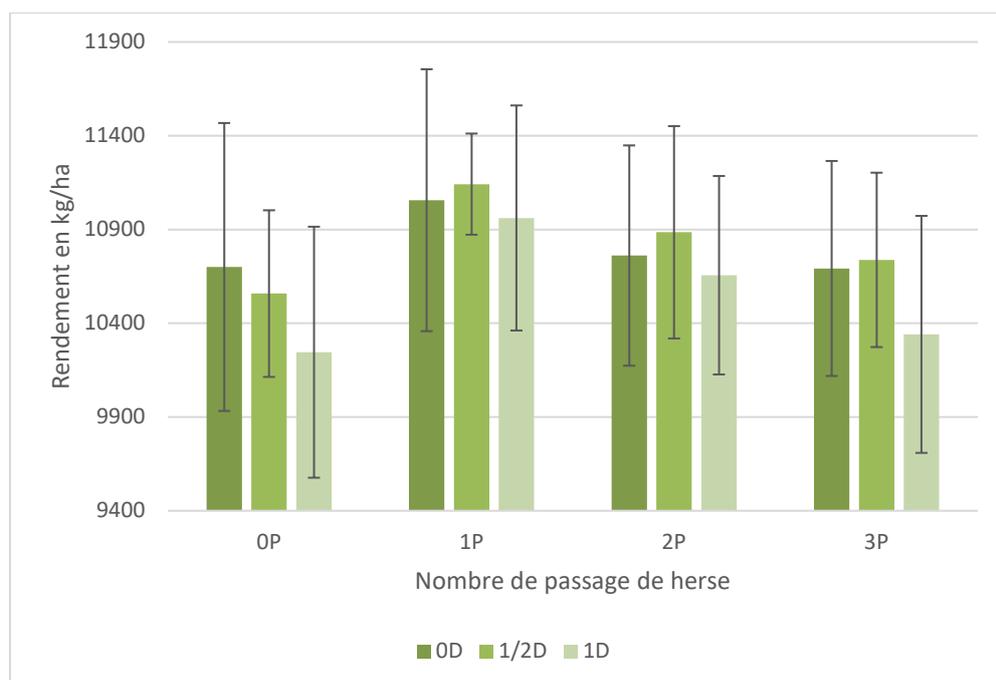
Les mesures de rendement lors de la récolte du froment complètent les observations de comptages et l'efficacité observée pour chaque technique sur les populations d'adventices, ces dernières étant en « compétition » avec la culture en place.

Seul le désherbage mécanique a eu un effet significatif sur le rendement en 2020. Le rendement le plus élevé concerne les modalités avec un passage unique de herse, tandis que deux et trois passages de herse ont un rendement intermédiaire. Le rendement le plus faible concerne les modalités sans passage de herse étrille (figure 337).

L'effet positif de la herse sur le rendement peut s'expliquer d'une part par la réduction du nombre d'adventices, mais principalement par l'effet physique de celle-ci sur le sol. En effet, les dents vibrantes de la herse permettent de casser la croûte de battance qui était présente à la sortie de l'hiver. Cette action permet ainsi une meilleure oxygénation du sol et une décomposition accélérée de la matière organique ce qui, *in fine*, engendre un meilleur développement de la plante.

De plus, l'année 2020 fut sèche, le fait de casser sur les premiers centimètres la structure du sol, permet une diminution des remontées capillaires d'eau dans le sol et ainsi une diminution des pertes d'eau du sol par évaporation.

Le rendement intermédiaire des deux et trois passages de herse étrille peuvent s'expliquer par les légers dégâts que peuvent engendrer la herse sur le froment.



Les P correspondent au nombre de passages de l'outil herse étrille sur les parcelles.

**Figure 337. Rendement en froment selon le nombre de passages de herse et la dose d'anti-dicotylées.**

Le désherbage chimique n'a pas engendré de différence significative de rendement.

Ces résultats mettent en avant l'effet positif que peut avoir la herse sur le rendement en froment en condition de printemps fort sec.

## 17.5 Discussions

Tout comme en 2018-2019, l'expérimentation de 2019-2020 a mis en évidence une efficacité suffisante de la herse étrille sur les populations de dicotylées quel que soit le nombre de passage. L'efficacité fut même en 2020 équivalente à un désherbage chimique d'anti-dicotylée. L'efficacité de la herse étrille aurait pu sans doute encore être améliorée avec une utilisation croisée de celle-ci. En effet, comme déjà observé en 2018-2019 et expliqué précédemment dans ce rapport, les dents vibrantes ont tendance à utiliser des chemins préférentiels, ce qui diminue la surface de couverture de l'outil et donc son efficacité.

Concernant la gestion des graminées, n'ayant que trop peu de graminées dans l'expérimentation de 2019-2020, il n'est pas possible de confirmer les tendances observées de l'expérimentation de 2018-2019 c.-à-d. une mauvaise efficacité de la herse sur les populations de graminées.

Concernant le rendement, les résultats de 2019-2020 diffèrent de ceux de l'année 2018-2019. Contrairement à l'année 2018-2019, le désherbage mécanique a permis d'augmenter le rendement et particulièrement pour les modalités avec un passage unique de herse étrille. Cette différence peut s'expliquer par une différence de flore d'adventices entre les deux années (présence vs absence de graminées). De plus, la météorologie ne fut pas la même les deux années. Dans des conditions de printemps sec comme en 2020, la herse, par son effet sur le sol, permet une amélioration du rendement.

Il est également important de souligner les limites de ces résultats issus d'expérimentations réalisées dans des parcelles de cultures conduites depuis de nombreuses années selon des règles de bonnes pratiques agricoles (ne présentant pas de stock semencier particulièrement important). Les conditions climatiques observées lors du printemps 2019 et 2020 ont permis de réaliser les opérations de désherbage mécanique en respectant les règles de base. Ces règles concernent la praticabilité des parcelles, avoir des périodes sans précipitations et de préférence légèrement venteuse avant, mais surtout dans les 24 à 48 heures après le passage d'outil et le tout en accord avec des stades végétatifs de la céréale entre le tallage et le 1<sup>er</sup> nœud. Toutefois, ces conditions ne sont pas toujours présentes à l'image du printemps 2016 où aucune céréale n'a pu être désherbée mécaniquement. Ces limites, qui peuvent donc survenir certaines saisons, mettent en évidence l'intérêt et la sécurité que peut représenter le désherbage chimique lorsque les conditions rendent impossibles les opérations mécaniques.

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

## 17.6 Perspective

Dans l'optique de réduire les PPP, les essais réalisés en 2019 et en 2020 ont montré que la herse étrille pouvait être une bonne alternative au désherbage chimique. Toutefois, le désherbage pourrait encore être amélioré et d'autres pistes restent à explorer. C'est pourquoi, dans les essais de 2020-2021, la houe rotative comme outil de désherbage est testée seule ou couplée à la herse étrille. Ceci va permettre d'avoir une meilleure vision du désherbage mécanique en froment et ainsi répondre aux objectifs de réduction des PPP.

# 18 Annexe 7 : Evaluation du désherbage mécanique en culture de céréales avec ou sans combinaison avec du désherbage chimique – années 2021 et 2022

## 18.1 Dispositif expérimental

### 18.1.1 2020-2021

Afin de poursuivre les différentes pistes de réduction de produits phytopharmaceutiques entamées dans la première triennale du projet Sol-Phy-Ly, l'expérimentation de désherbage mécanique couplée à du désherbage chimique en céréales a été réinstallé (figure 338).

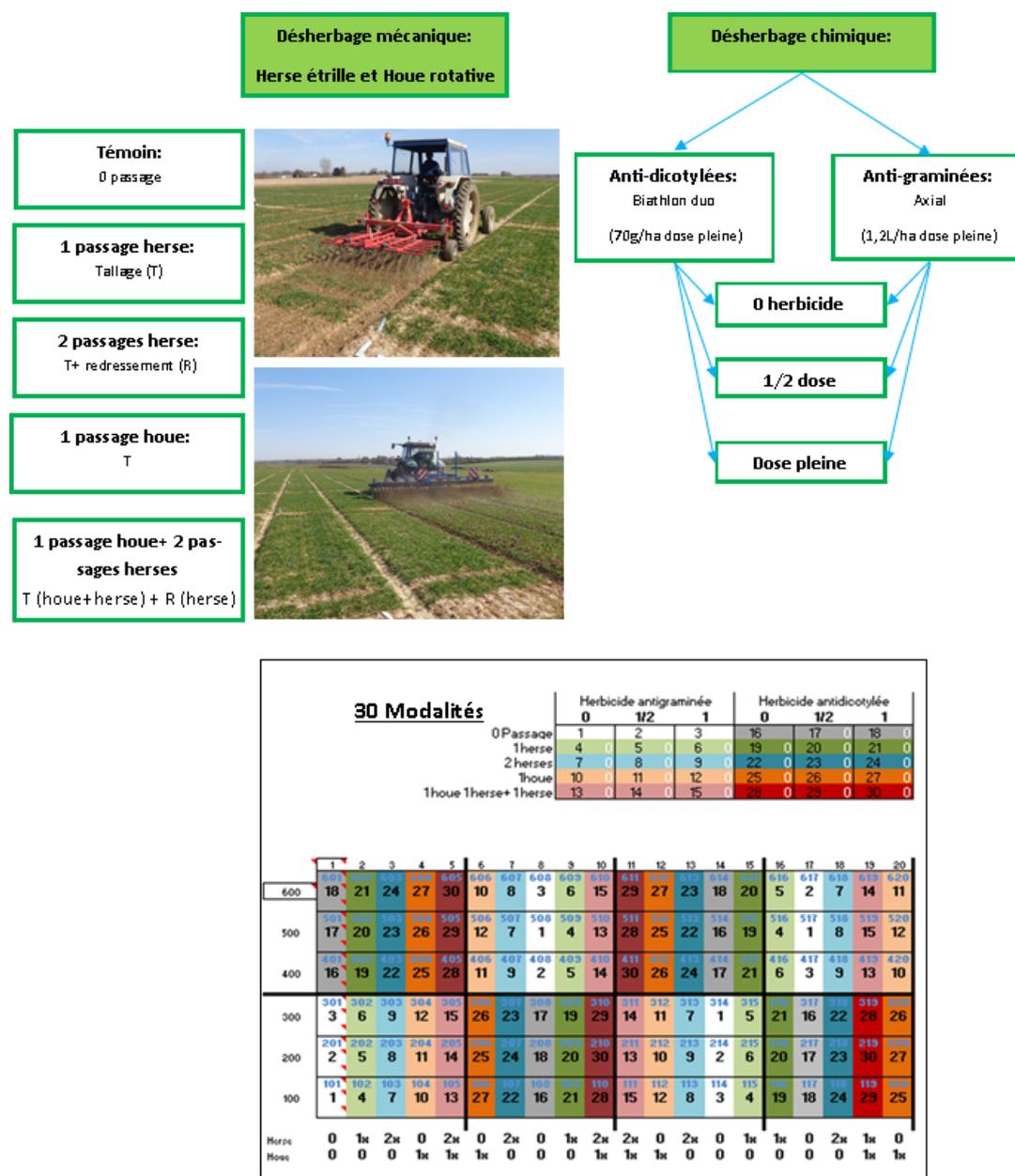


Figure 338. Protocole expérimental de désherbage 2020-2021

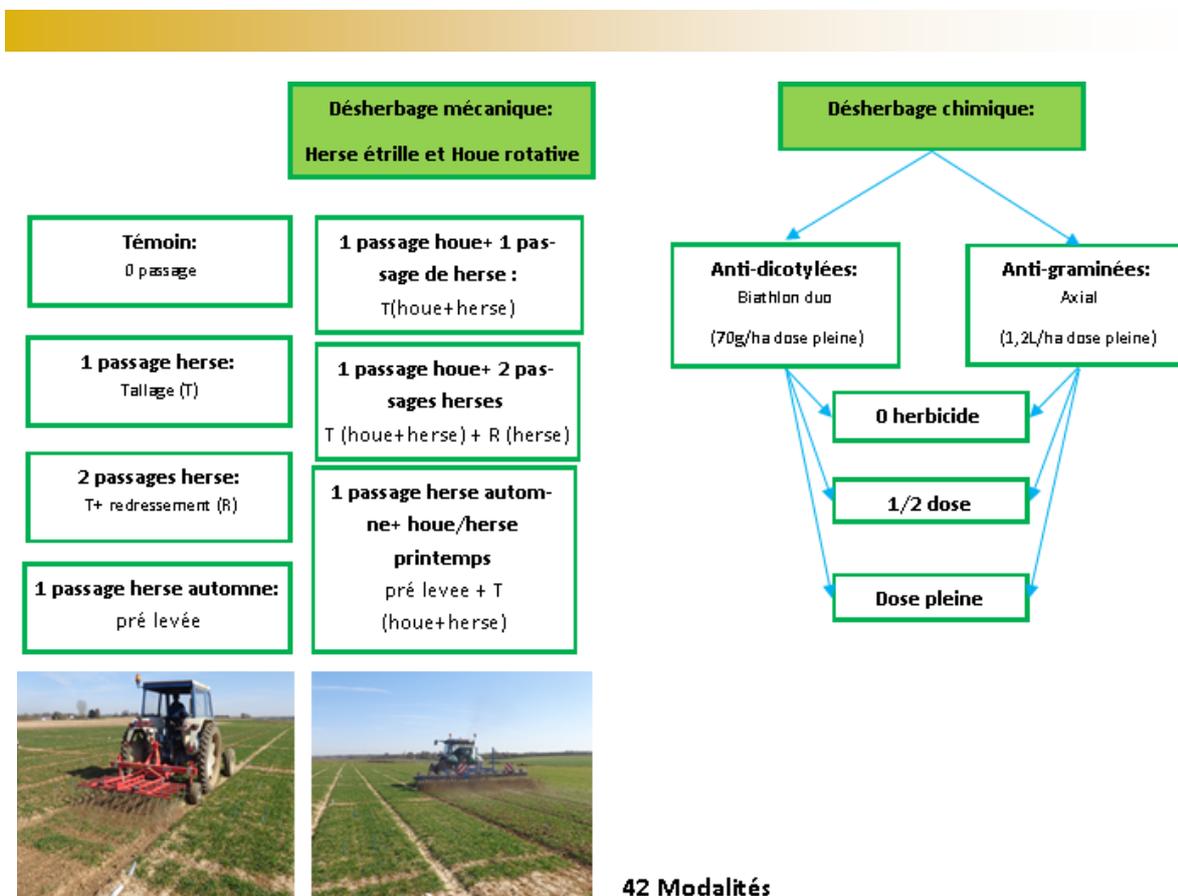
Cette expérimentation comporte des modalités de désherbage mécanique (herse étrille, houe rotative) à plusieurs gradients d'intensité (0, 1, 2 passages de herse, 1 passage de houe et 1 passage de houe + 2 passages de herses) croisés à l'utilisation d'herbicides sélectifs à différentes doses d'application (0, ½ dose et pleine dose). Cette expérimentation, menée en micro-parcelles (2 x 8m) sur les terres de la ferme expérimentale de Gembloux Agro Bio-Tech, comporte 30 modalités et quatre répétitions.

Tout comme lors de la première triennale du projet, des herbicides sélectifs anti-dicotylées et anti-graminées ont été utilisés afin de déterminer l'efficacité du désherbage sur les deux familles d'adventices (monocotylées, dicotylées). Les produits commerciaux sont l'*Axial* pour l'anti-graminées (50g/l pinoxaden et 12.5 g/l cloquintocet-mexyl) et le *Biathlon duo* pour l'anti-dicotylées (71.4% tritosulfuron et 5.4% florasulam).

### **18.1.2 2021-2022**

Le dispositif expérimental est proche de celui de l'année 2020-2021 et est repris dans la figure 339. Toutefois, afin d'essayer d'améliorer l'efficacité du désherbage mécanique, de nouvelles modalités ont été testées. Il est conseillé de passer la herse à des jeunes stades des adventices. C'est pourquoi un passage dit « à l'aveugle » en prélevée du froment a été rajouté (passage de herse à l'automne) ainsi qu'une modalité herse à l'automne combiné à un passage de houe plus un passage de herse au printemps. Enfin, une modalité houe plus herse au tallage (sans le deuxième passage de herse au redressement) a été rajouté afin de déterminer l'utilité du second passage de herse. Par contre la modalité d'un passage unique de houe rotative a été retiré du protocole suite à son faible impact sur les adventices.

Les produits et doses d'herbicides quant à eux restent identiques aux autres années. Le nombre total de modalités sur l'expérimentation passe donc de 30 modalités pour l'année 2020-2021 à 42 modalités pour l'année 2021-2022.



	Herbicide antigraminée			Herbicide antidicotylée		
	0	1/2	1	0	1/2	1
0 Passage	1	2	3	22	23	0
1 herse	4	5	6	25	26	0
2 herses	7	8	9	28	29	0
1 houe/herse	10	11	12	31	32	0
1 houe/herse + herse	13	14	15	34	35	0
1 herse automne + houe/herse printemps	16	17	18	37	38	0
1 herse automne	19	20	21	40	41	0

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28
600	24	27	30	33	36	39	42	8	6	16	11	15	19	3	22	29	27	41	37	34	32	10	17	15	19	8	3	6
500	23	26	29	32	35	38	41	7	4	18	10	14	21	1	24	28	25	40	39	36	31	11	18	13	20	7	2	5
400	22	25	28	31	34	37	40	9	5	17	12	13	20	2	23	30	26	42	38	35	33	12	16	14	21	9	1	4
300	3	6	9	12	15	18	21	28	27	38	31	35	41	23	1	7	5	21	18	13	11	31	38	35	42	30	23	25
200	2	5	8	11	14	17	20	30	25	37	33	38	42	24	2	9	4	19	16	14	10	32	39	36	41	29	22	26
100	1	4	7	10	13	16	19	29	26	39	32	34	40	22	3	8	6	20	17	15	12	33	37	34	40	28	24	27
Herse	0	1x	2x	1	2x	1A+1P	1A	2x	1x	1A+1P	1x	2x	1A	0	0	2x	1x	1A	1A+1P	2x	1x	1x	1A+1P	2x	1A	2x	0x	1x
Houe	0	0	0	1x	1x	1x	0	0	0	1x	1x	1x	0	0	0	0	0	0	0	1x	1x	1x	1x	1x	1x	0	0	0

Figure 339. Protocole expérimental de désherbage 2021-2022.

## 18.2 Observations

Les observations réalisées sur les deux dernières années culturales (2020-2021 et 2021-2022) ont pour objectif de caractériser le développement des adventices et de la céréale pendant la phase végétative, ainsi que de déterminer le rendement du froment au terme de la culture. Le relevé des adventices pour chaque

modalité est réalisé au sein de quadrats de 0,25m<sup>2</sup>. Il est réalisé par espèce d'adventices. Elles sont dénombrées ainsi que caractérisées. Pour ce faire :

- les relevés ont lieu, pour l'ensemble des modalités, après chaque opération de désherbage sur l'expérimentation ;
- une biomasse des adventices est réalisée à la floraison du froment (observation absente les autres années) ;
- un suivi des stades de développement du froment (échelle BBCH) et de son état sanitaire est effectué ;
- la mesure du rendement en grains est réalisée.

Le nombre de quadrats par parcelle est de deux pour l'année 2020-2021 mais uniquement d'un pour l'année 2021-2022. En effet, aucune différence d'analyse en utilisant un ou deux quadrats pour l'année 2020-2021 n'a été observé. Il a donc été décidé de reprendre le nombre de quadrat établi les autres années ; soit un quadrat.

Les différentes dates d'opérations de désherbage ainsi que de comptages sont repris dans le tableau 49 et le tableau 50

**Tableau 49. Activités de désherbages et de prises de données réalisées en 2021-2022.**

Date	Activités		Stade
29-10-22	Passage de herse automne		pré-levée
03-03-22	Premier comptage	<b>T0</b>	plein tallage
10-03-22	Passage herse étrille et houe rotative (Tallage)	<b>P1</b>	plein tallage
11-03-22	Passage herse étrille sur modalités avec houe+herse (Tallage)	<b>P1</b>	plein tallage
22-03-22	Désherbage chimique		plein tallage
06-04-22	Deuxième comptage	<b>T1</b>	fin tallage
20-04-22	Passage herse étrille redressement	<b>P2</b>	Redressement
28-04-22	Troisième comptage	<b>T2</b>	1er nœud
02-06-22	Biomasse adventice	<b>T3</b>	Floraison
03-06-22	Quatrième comptage		Floraison
25-07-22	Récolte		Maturité

**Tableau 50. Activités de désherbages et de prises de données réalisées en 2020-2021.**

Date	Activités		Stade
15-03-21	Premier comptage	<b>T0</b>	
30-03-21	Passage herse étrille et houe rotative (Tallage)	<b>P1</b>	plein tallage
31-03-21	Désherbage chimique		plein tallage
01-04-21	Passage herse étrille sur modalité houe+herse (Tallage)	<b>P1</b>	plein tallage
14-04-21	Deuxième comptage	<b>T1</b>	Redressement
16-04-21	Passage herse étrille tallage redressement	<b>P2</b>	Redressement
03-05-21	Troisième comptage	<b>T2</b>	1er nœud
14-06 au 21-06-21	Quatrième comptage	<b>T3</b>	Floraison
14-06 au 21-06-21	Biomasse adventice		Floraison
15-08-21	Récolte		Maturité

## 18.3 Résultats de l'année culturale 2020-2021

Malgré les conditions météorologiques du printemps 2021 assez humides, des fenêtres météorologiques plus sèches ont permis le passage de la herse étrille aux stades prévus par le protocole (tallage, redressement). Il a été possible de passer l'outil dans des conditions idéales (sol bien réessuyé avant le passage de l'outil suivi d'un temps sec pendant 48 heures).

En ce qui concerne la réalisation du désherbage chimique, celui-ci a pu être réalisé au stade plein tallage (fin mars). L'application est plus précoce que les autres années, permettant de ce fait d'améliorer l'efficacité de l'herbicide.

### 18.3.1 Evaluation des populations d'adventices

Les résultats sont issus de comptages systématiques (avant-après chaque opération de désherbage). Un comptage systématique permet de mieux cerner la dynamique des adventices au cours du temps et ainsi de se rendre compte de l'impact de chaque passage de désherbage.

#### 18.3.1.1 La gestion des graminées

Lors du comptage des populations d'adventices, aucune graminée n'a été compté dans les quadrats. Cette absence de graminées empêche toute analyse. Malheureusement il ne sera pas possible de savoir l'impact du désherbage mécanique couplé ou non à un désherbage chimique sur une flore contenant des graminées.

#### 18.3.1.2 La gestion des dicotylées

La population d'adventices est dominée par de la matricaire camomille. Celle-ci représente à elle seule plus de 90% de la flore d'adventices. Dans une moindre mesure, on peut y retrouver des gaillets gratterons ainsi que des renouées (figure 340)

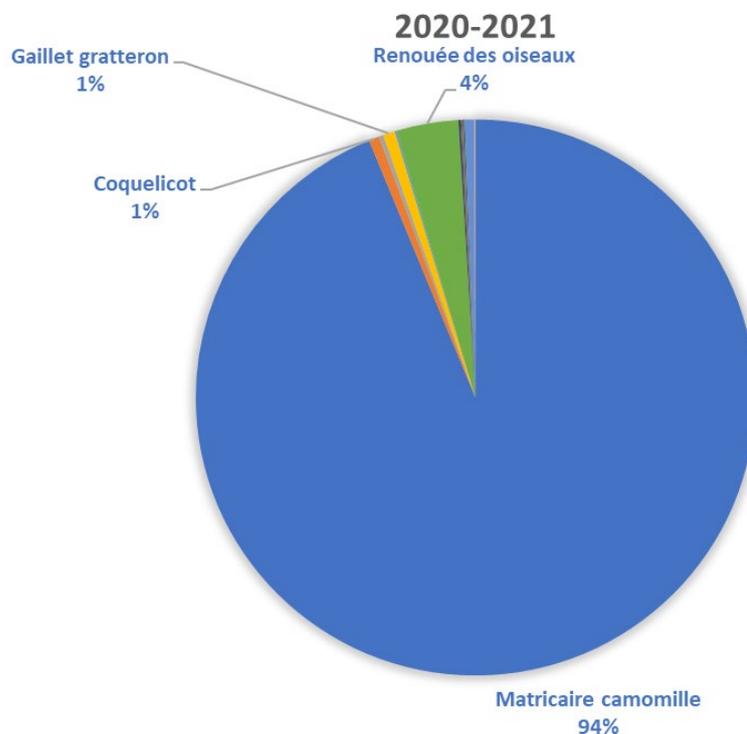


Figure 340. Composition initiale de la flore d'adventices 2020-2021.

La variabilité spatiale de la flore d'adventices au premier comptage était très importante avec une variation allant de 20 à 620 adventices par m<sup>2</sup>. De plus, sur toute une moitié de l'expérimentation, la pression en adventices était excessivement élevée (figure 341)

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
600	68	56	28	36	64	64	44	20	36	48	76	60	48	36	32	20	52	32	28	24
500	44	108	84	56	88	36	40	16	48	32	144	60	64	72	52	52	44	68	28	36
400	64	60	64	48	56	76	72	40	60	40	76	68	104	56	68	48	68	88	96	48
300	88	36	24	76	52	44	64	32	68	92	36	60	100	96	76	84	120	84	76	52
200	104	92	56	52	60	92	72	36	108	100	116	68	100	136	128	100	120	76	128	88
100	108	180	80	108	112	124	140	64	160	208	128	132	124	120	148	152	160	72	72	72
	204	128	140	176	164	120	204	160	136	216	180	104	192	200	236	148	220	156	144	116
	144	172	148	136	134	192	248	176	232	184	144	148	140	168	168	192	192	212	128	96
	244	320	220	240	52	188	236	220	300	184	156	156	116	216	188	224	264	172	120	112
	292	488	296	260	140	240	244	316	336	276	256	108	188	260	264	324	444	136	132	108
	324	388	440	268	200	260	284	464	468	516	264	108	156	352	468	552	404	176	136	108
	288	276	292	252	252	324	212	404	612	356	224	168	184	256	620	456	348	208	88	156

Figure 341. Distribution spatiale du nombre d'adventices au premier comptage (2020-2021).

L'évolution du nombre d'adventices en fonction des différents traitements peut être observée sur la figure 342. De manière globale, une fois l'antidicotylée appliqué, le nombre d'adventices par m<sup>2</sup> a été fortement réduit. Tandis que sans herbicide, il semble que la houe rotative combinée à la herse ait la capacité de réduction du nombre d'adventices la plus forte.

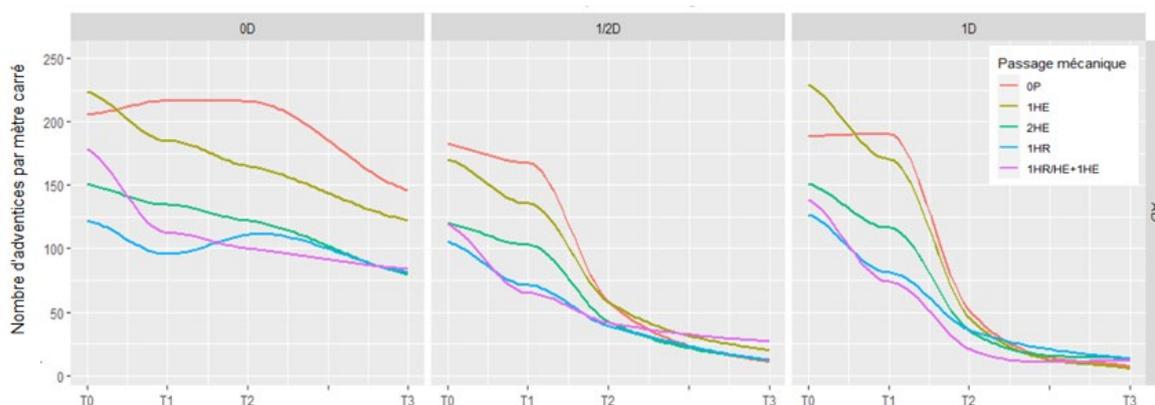


Figure 342. Tendence de l'évolution du nombre d'adventices en fonction du temps selon la dose d'antidicotylée et le nombre de passages mécaniques.

Pour permettre une analyse moins sensible à l'hétérogénéité du nombre d'adventices initial (figure 341), le pourcentage de réduction du nombre d'adventices a été utilisé, et se calcule comme suit :

$$\text{Réduction du nombre d'adventice}(\%) = \frac{\text{Adventices en } T0 - \text{Adventices en } Tn}{\text{Adventices en } T0} \times 100$$

Où *Adventices en T0* correspond au nombre d'adventice initial et *Adventices en Tn* correspond au nombre d'adventices après au minimum une opération de désherbage.

Ainsi, ce n'est plus le nombre d'adventices en absolu qui est étudié mais la quantité d'adventices qui a été supprimée par le désherbage.

Afin de mettre en évidence l'efficacité du désherbage mécanique, le pas de temps T0-T1 est étudié sur l'ensemble du jeu de données suivi du pas de temps T1-T2 et T0-T2 sur les modalités sans herbicides antidicotylées.

L'efficacité du désherbage chimique couplé au désherbage mécanique est analysé entre les pas de temps T0 et T2.

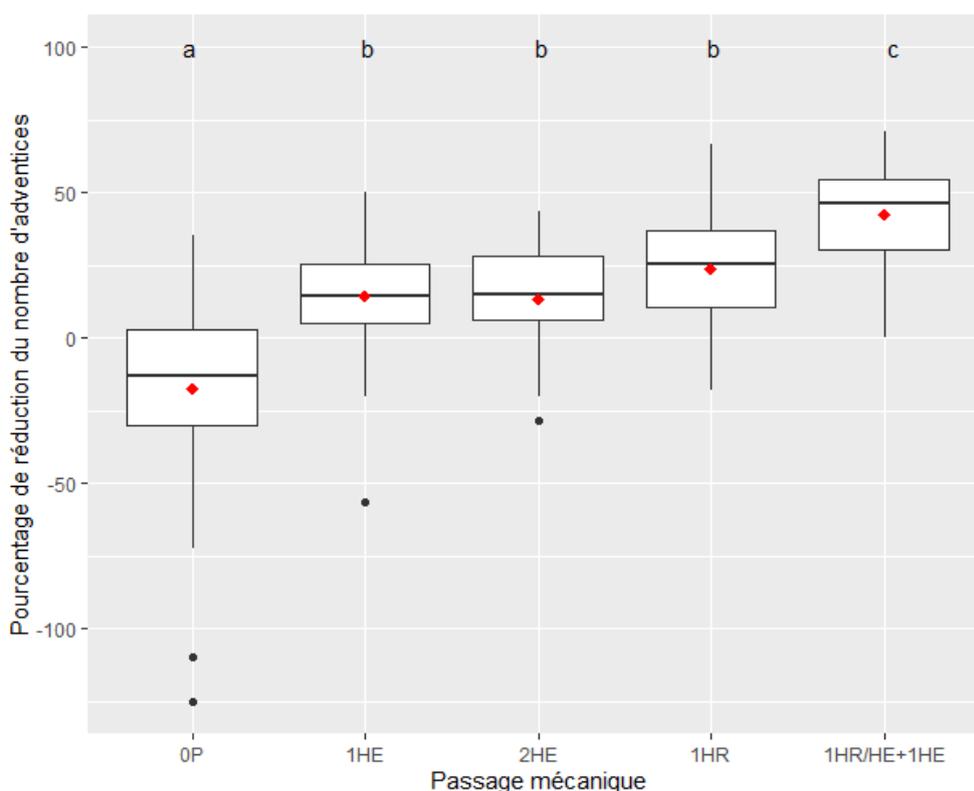
N'ayant aucune intervention de désherbage entre le T2 et le T3, celui-ci sera utilisé pour analyser l'effet compétiteur du froment sur les adventices.

Enfin, une évaluation globale de l'efficacité du désherbage sera réalisée entre le pas de temps T0-T3.

Une ANOVA sur un modèle mixte est réalisée sur chacun des pas de temps cités ci-dessus suivi d'une analyse post-hoc en réalisant un test de Tukey sur les moyennes marginales estimées. L'ensemble des analyses sont réalisées sur Rstudio avec le package *ggplot2*, *car*, *emmeans* et *lme4*.

### 18.3.2 Efficacité du désherbage mécanique seul

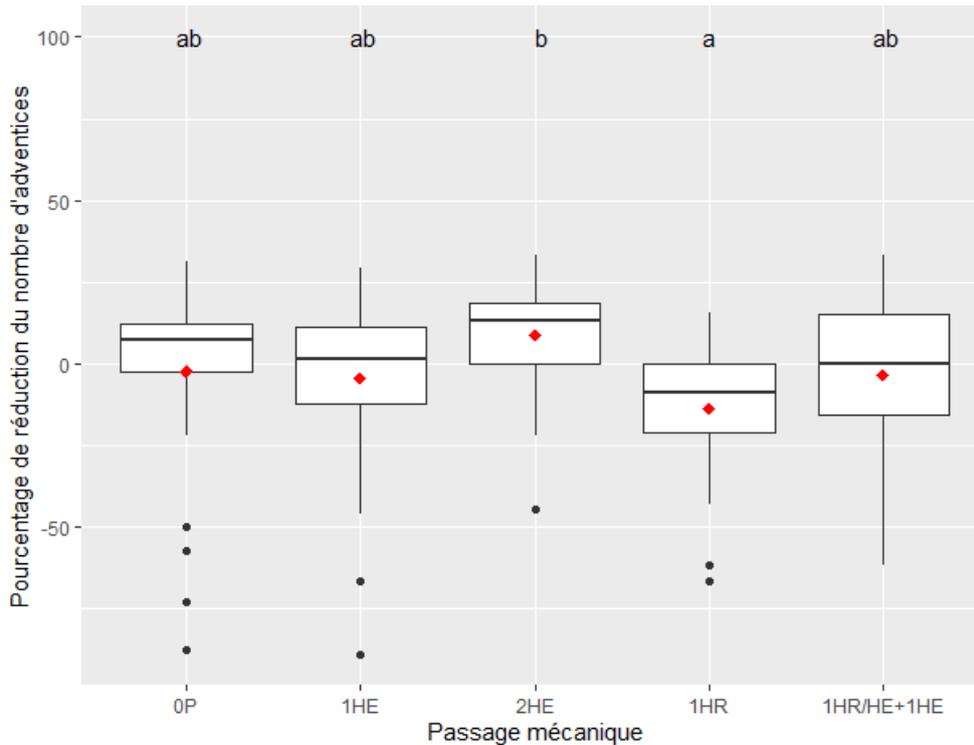
Une différence très hautement significative a été observée dès le premier passage d'outil mécanique. Avec un pourcentage de réduction identique pour la herse et la houe utilisée seule tandis que la houe rotative avec un passage de herse étrille a permis la meilleure réduction d'adventices en réduisant de  $42 \pm 17\%$  les adventices présentes. Dans ce même temps, l'absence de désherbage a engendré une levée d'adventice de  $+17\%$  d'adventices (figure 343).



Les losanges rouges représentent les moyennes. Les modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 343. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T1 en fonction des modalités de passages mécanique.**

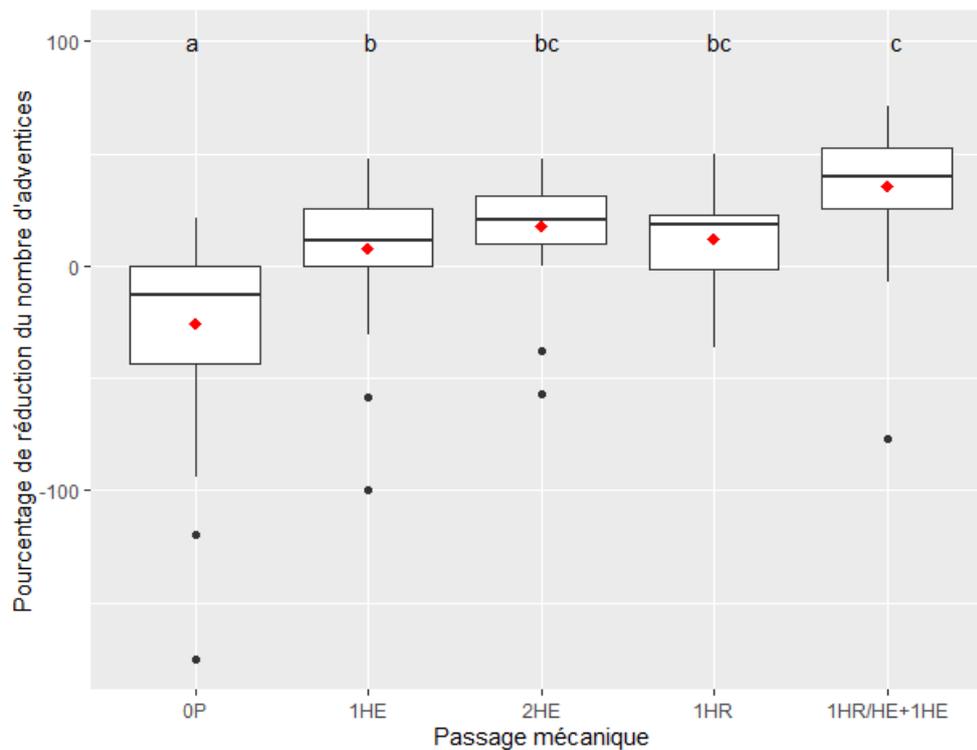
Entre le premier et le second passage de désherbage mécanique, une différence hautement significative est aussi observée. Comme illustré sur la figure 344, la modalité avec deux passages de herse a permis de réduire de 8.8% le nombre d'adventices tandis que la houe rotative a engendré une forte levée (13,68%) de nouvelles adventices et/ou une reprise d'adventices qui étaient devenues non visibles. Le second passage de herse pour la modalité houe rotative/herse plus herse ne semble pas avoir permis une réduction supplémentaire du nombre d'adventices. Cela peut être dû à sa plus forte agressivité et efficacité au premier passage (figure 368)



Les losanges rouges représentent les moyennes. Les modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 344. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T1 et T2 en fonction des modalités de passages mécanique.**

Enfin, si l'on regarde globalement sur l'ensemble du pas de temps T0-T2 (figure 345), on peut observer que la houe rotative associée à la herse étrille présente l'efficacité la plus forte tandis qu'aucun contrôle mécanique engendre une levée de nouvelles adventices.

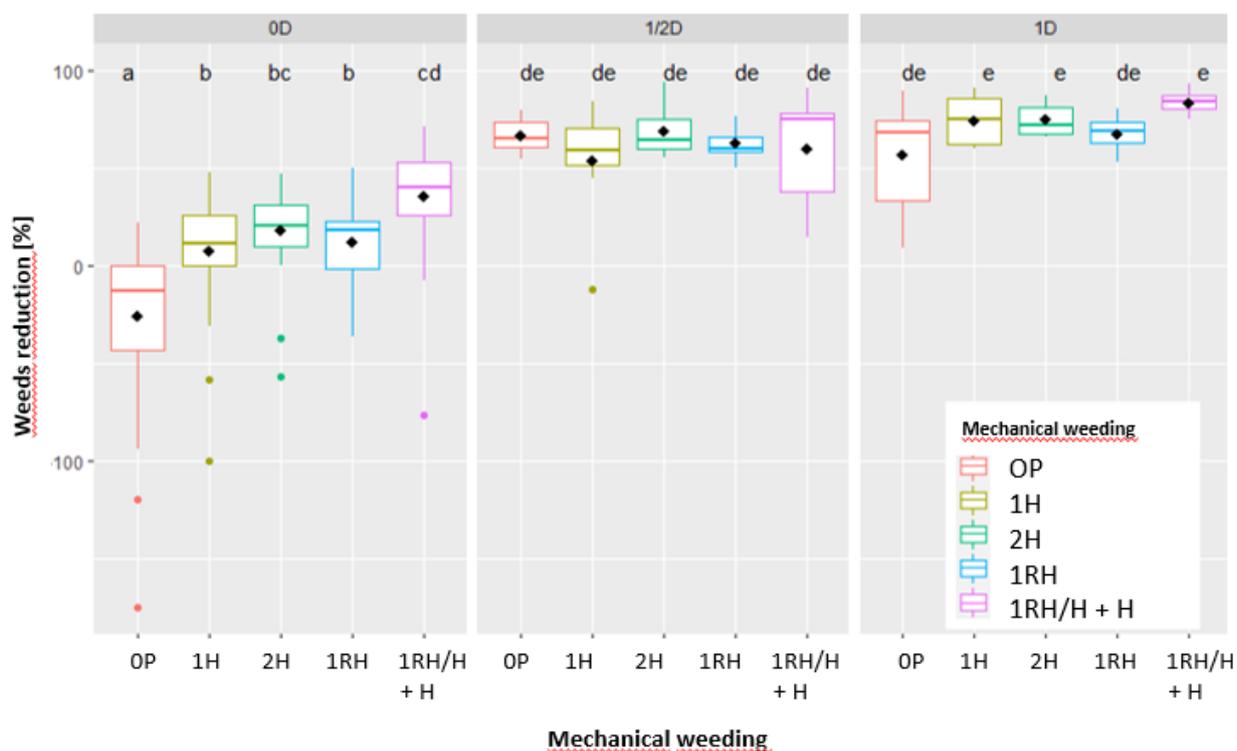


Les losanges rouges représentent les moyennes. Les modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 345. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T2 en fonction des modalités de passages mécanique.**

### 18.3.3 Effet du désherbage mécanique couplé au chimique

Comme représenté sur la figure 346, l'effet du désherbage chimique à base d'anti-dicotylées montre une très bonne efficacité dès une demi-dose. Par contre, il n'est pas possible d'observer une tendance claire d'amélioration du désherbage chimique quand celui-ci est couplé à du désherbage mécanique. Toutefois en absolu, la modalité avec la réduction du nombre d'adventices la plus forte est celle avec un contrôle maximal (1 dose d'anti-dicotylée et la modalité de désherbage mécanique la plus forte.)

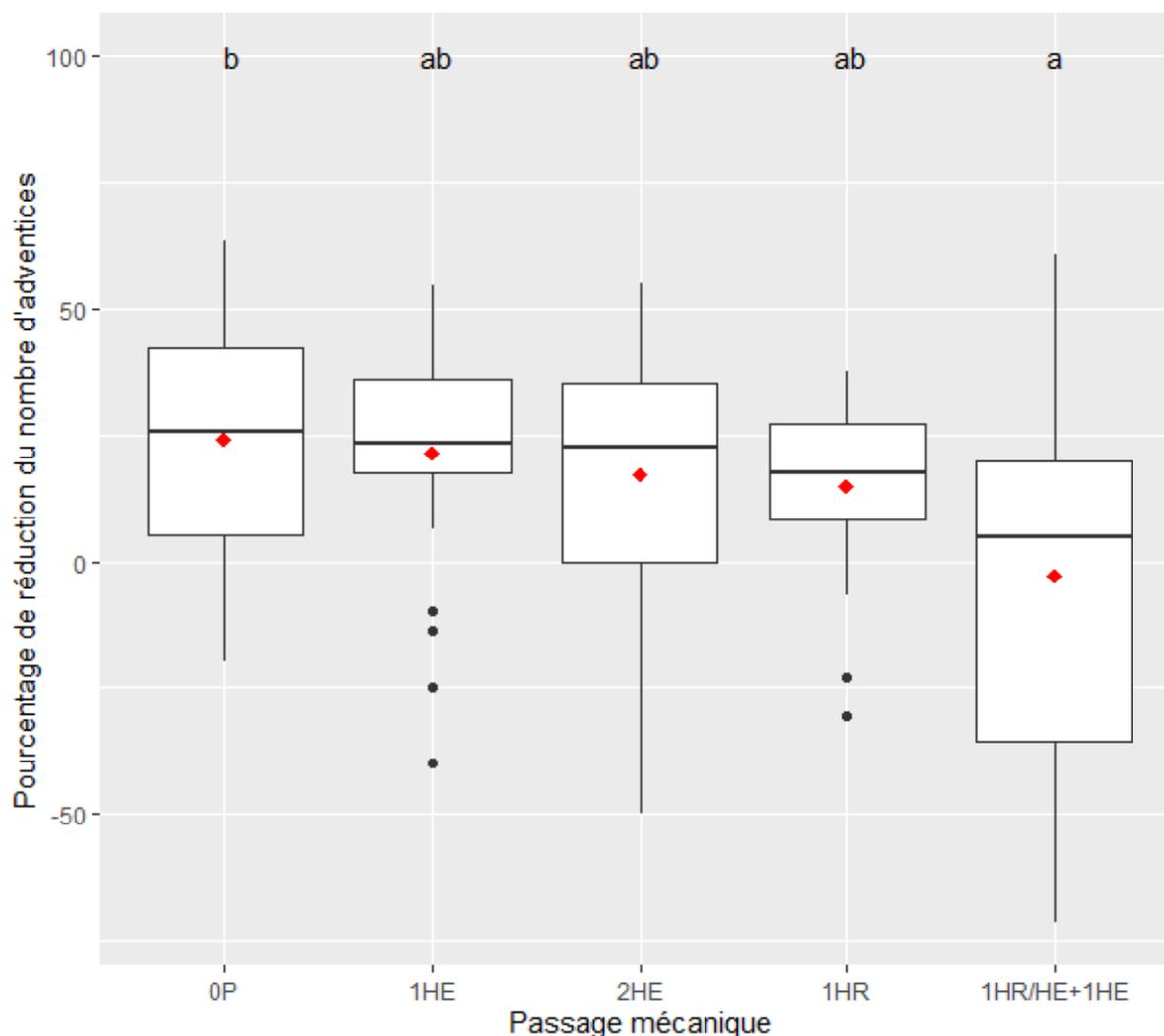


Les losanges noirs représentent les moyennes. Les combinaisons de modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 346. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T2 en fonction des doses d'anti-dicotylées et des modalités de passages mécaniques.**

### 18.3.4 Effet compétiteur du froment

Grâce à la compétition pour les ressources (eau, azote, lumière, ...), le froment peut aussi engendrer une diminution du nombre d'adventices. Cela est visible entre le pas de temps T2 et T3. Dans la modalité sans aucun contrôle, on peut observer une diminution du nombre d'adventices (figure 347). L'effet compétiteur s'observe d'autant plus qu'aucune opération de désherbage a été réalisée. Cette mortalité d'adventices est trop tardive pour n'avoir pas eu d'effet sur le développement du froment mais permet par contre de diminuer le nombre d'adventices capables de grainer et de salir la parcelle pour les années futures.

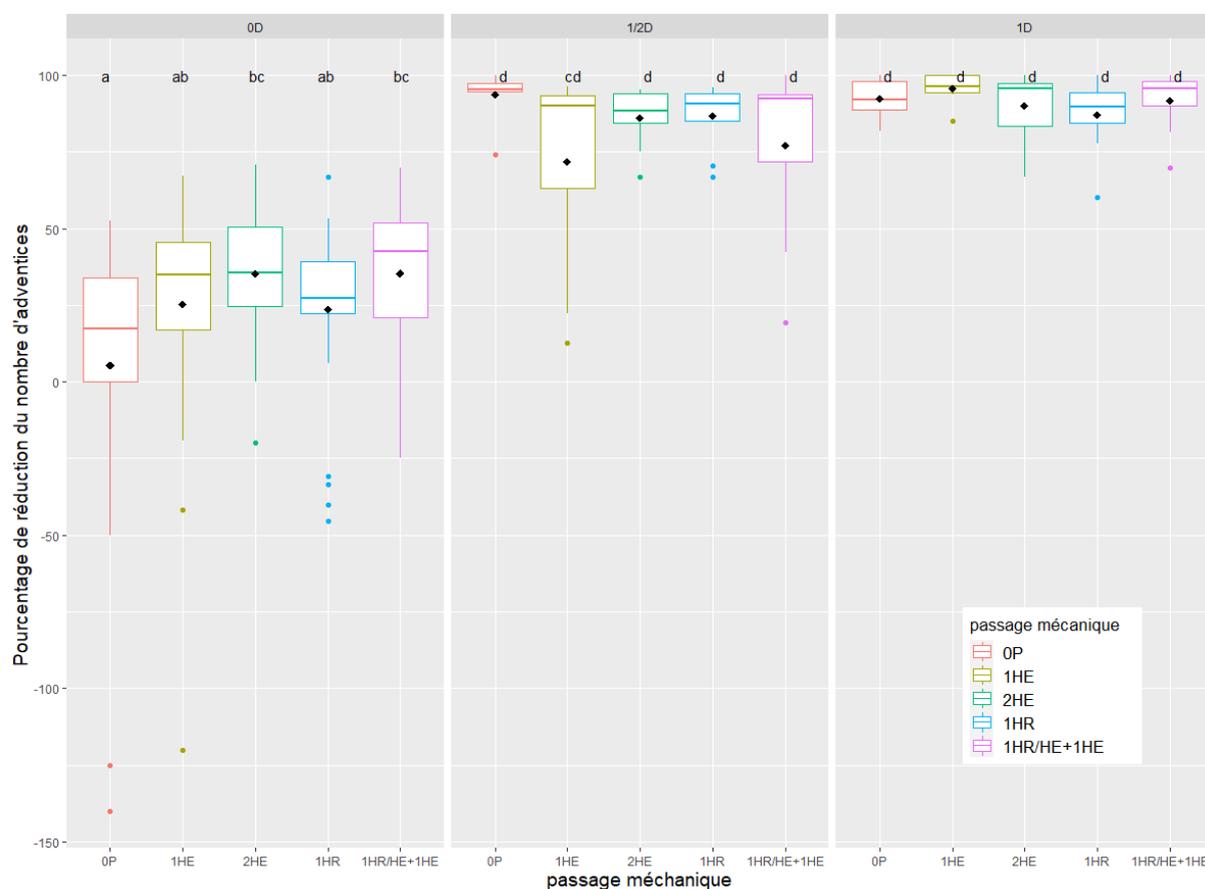


Les losanges rouges représentent les moyennes. Les modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 347. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T2 et T3 sous anti-graminée en fonction des modalités de passages mécaniques.**

### 18.3.5 Effet Global

Si l'on observe l'effet global sur le pas de temps T0-T3 (figure 348), celui-ci est proche de l'efficacité T0-T2 avec une tendance à l'homogénéisation. L'efficacité du désherbage chimique a grimpé à presque 100% grâce à l'effet compétiteur du froment sur les adventices. Le désherbage mécanique présente une variabilité plus grande. En effet, le travail mécanique à un travail moins homogène et peut de par son effet sur le sol, engendrer de nouvelle levée.

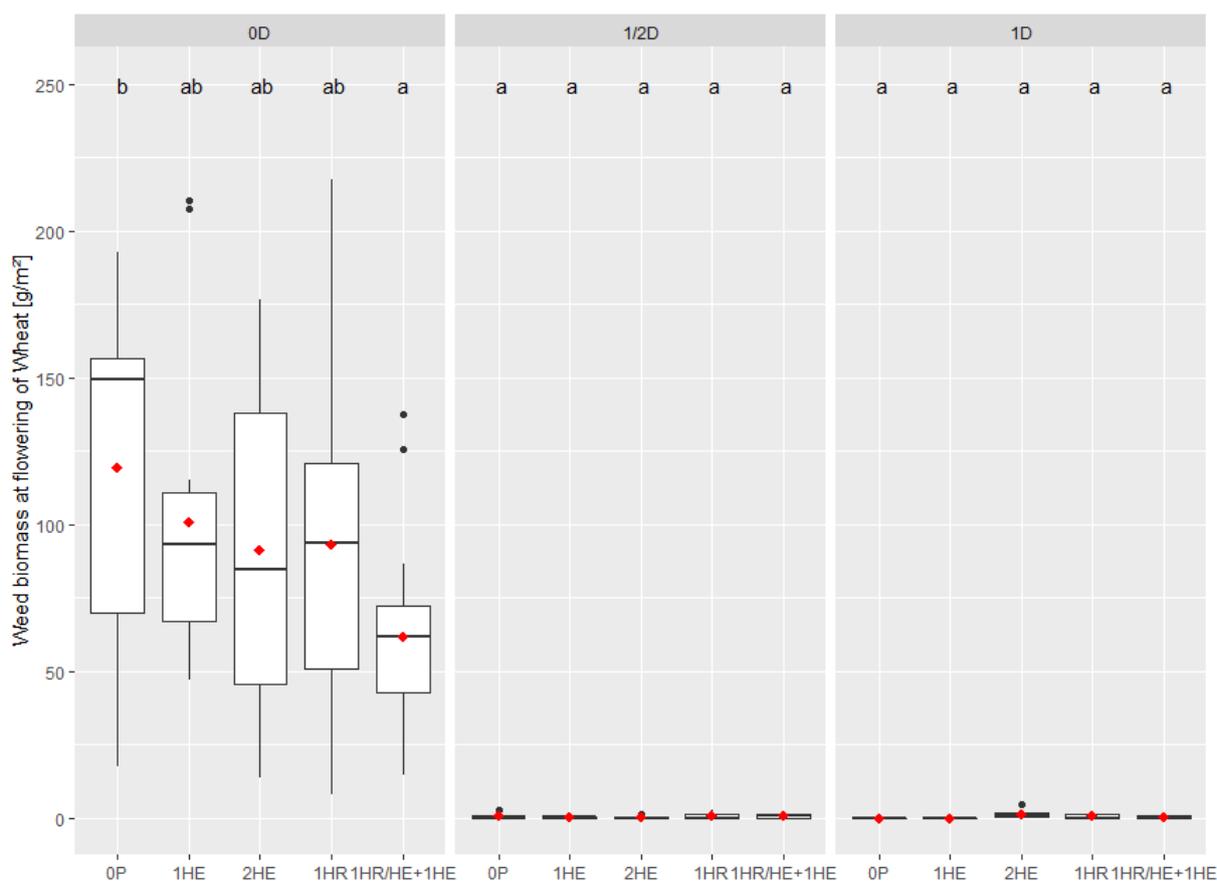


Les losanges noirs représentent les moyennes. Les combinaisons de modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 348. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T3 en fonction des doses d'anti-dicotylées et des modalités de passages mécanique.**

### 18.3.6 Effet sur la biomasse

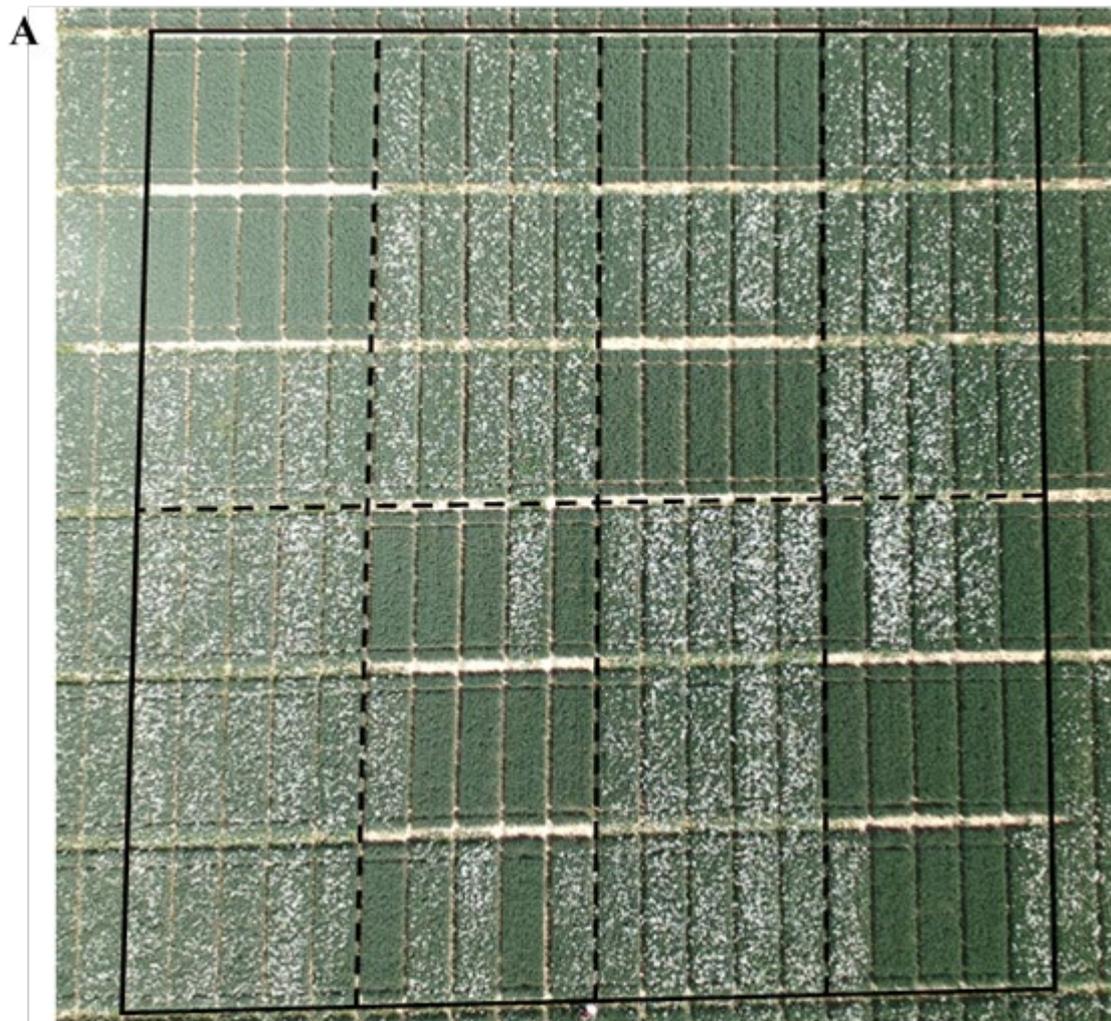
Si l'on observe l'effet du désherbage sur la biomasse d'adventices à floraison du froment, les différences entre modalités sont encore plus marquées. En effet, comme on peut observer sur la figure 349, le désherbage chimique a permis d'avoir une biomasse d'adventices proche de zéro tandis qu'en désherbage mécanique seul, la biomasse d'adventices reste conséquente. D'ailleurs, uniquement la modalité houe rotative plus herse est significativement différente du témoin. Les autres modalités de désherbage sont intermédiaires. On peut observer une grande variabilité de biomasse d'adventices au sein des modalités de désherbage mécanique. Celle-ci s'explique par la grande variabilité du nombre d'adventices au départ (figure 341) et du manque d'efficacité du désherbage mécanique.



Les losanges rouges représentent les moyennes. Les combinaisons de modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 349. Biomasse d'adventices à floraison du froment en fonction des doses d'anti-dicotylées et des modalités de passages mécaniques.**

Pour un même nombre d'adventices, la biomasse avec un herbicide est plus faible qu'avec un désherbage mécanique, en effet le PPP (dans le cas présent est de type hormonal) a pour effet de bloquer la croissance de l'adventice si celle-ci n'est pas tuée dû à l'effet phytotoxique de la molécule. Tandis que le désherbage mécanique, si la plante n'est pas touchée, celle-ci continue à croître normalement. Ceci est confirmé par la photo de drone de l'expérimentation (figure 350) où grâce aux ligules des fleurs de matricaire camomille, il est facile d'observer l'efficacité des différentes modalités. À noter qu'une absence de ligules ne signifie pas une absence d'adventices, comme souligné plus haut, il peut rester quelques matricaires camomilles sous développées dans les parcelles avec des PPP suite au blocage du développement de l'adventice.



Herse	0	1x	2x	0	2x	0	2x	0	1x	2x	2x	0	2x	0	1x	1x	0	2x	2x	0
Houe	0	0	0	1x	1x	1x	0	0	0	1x	1x	1x	0	0	0	0	0	0	1x	1x

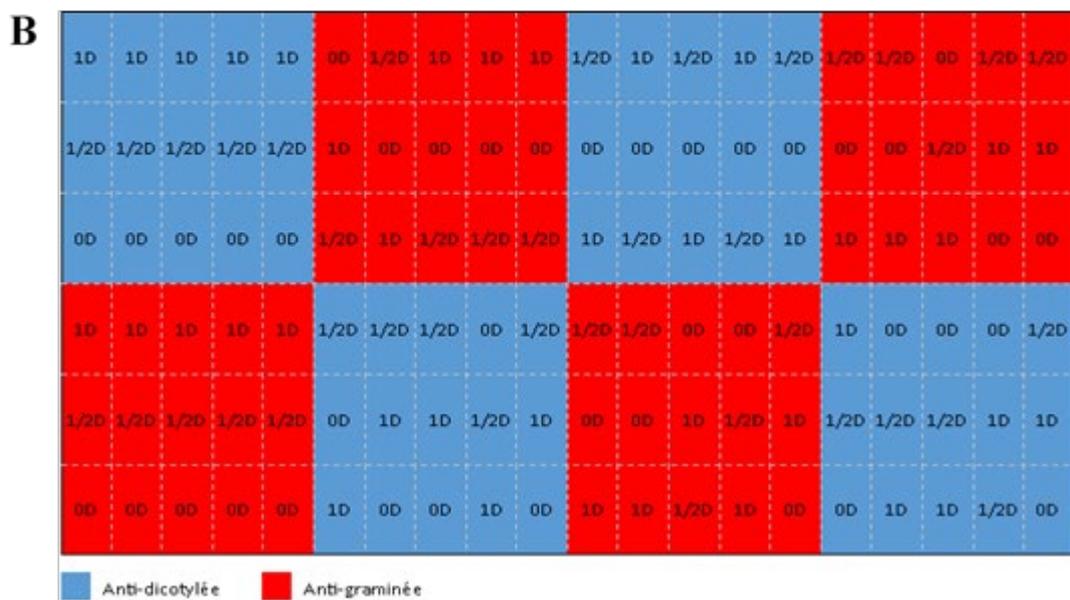


Figure 350. Photo aérienne de la parcelle d'expérimentation à la floraison des matricaires camomilles (A). Schéma reprenant les modalités de désherbage chimique correspondant à chaque micro-parcelle (B).

### 18.3.7 Effet sur le rendement

Comme illustré sur la figure 351, on peut observer une corrélation négative entre le rendement et la biomasse d'adventices. Cela met bien en avant l'importance de limiter le développement d'adventices si l'on désire un rendement élevé. Les modalités ayant reçu une dose ou une demi dose d'anti-dicotylée se trouvent sur l'extrême gauche et en haut du rendement signifiant que ce sont dans ces modalités que les rendements sont les plus élevés.

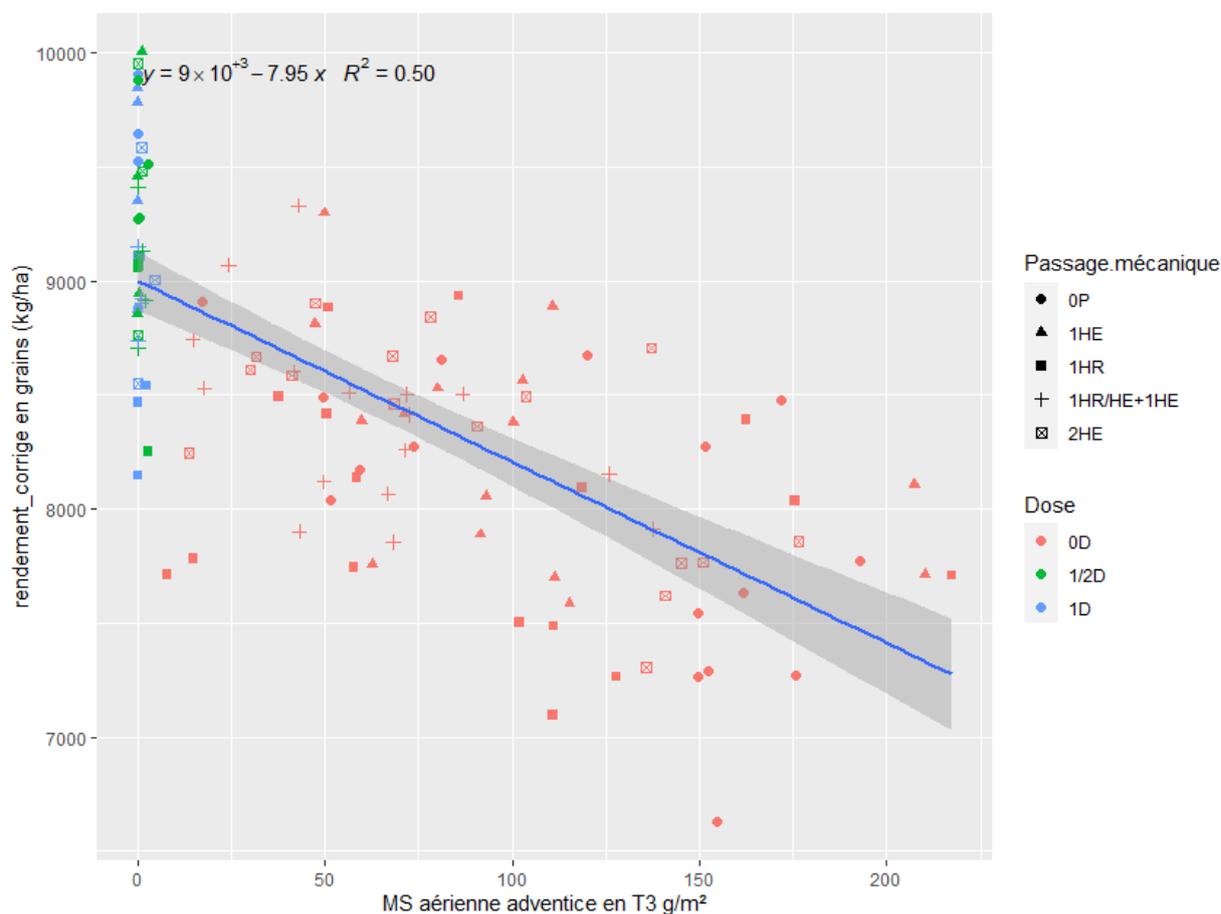
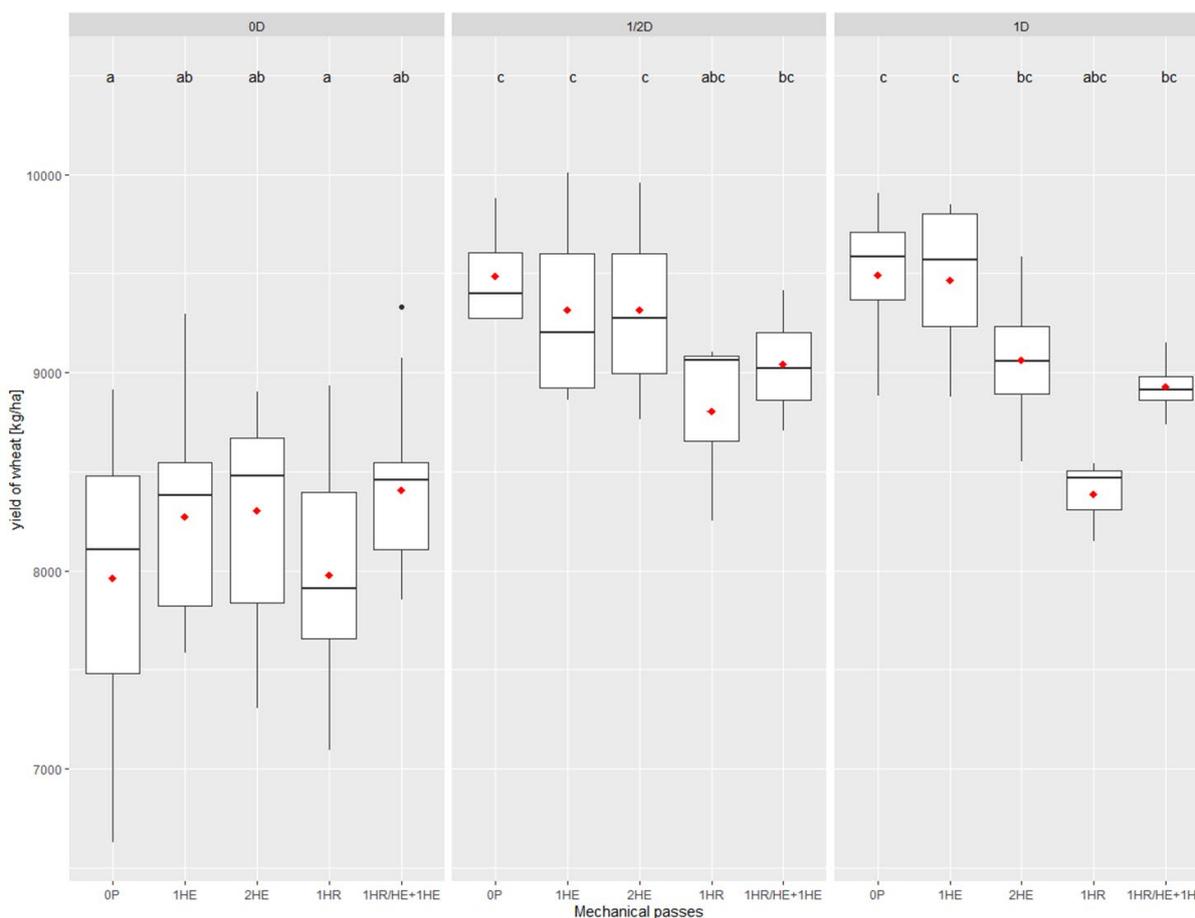


Figure 351. Rendement en grain à 15% d'humidité selon la biomasse en MS d'adventice à floraison du froment.

Si l'on regarde un peu plus en détails les résultats de la récolte 2021 (figure 352), on peut s'apercevoir que le rendement a tendance à augmenter avec l'agressivité du désherbage mécanique quand aucun contrôle d'herbicide a été appliqué. Tandis qu'il a tendance à diminuer le rendement dans les modalités avec herbicide. Cela s'explique par la sélectivité du désherbage mécanique. En effet, celui-ci n'a pas une sélectivité de 100% envers la culture, une partie des plants de froment peuvent être déchaussés, ou des talles abimées. Sans utilisation d'herbicide, ce dommage à la culture est moins nuisible que la plus-value de la réduction de la pression d'adventices. Par contre, avec utilisation d'herbicide, le désherbage mécanique entraîne juste une réduction du potentiel de rendement sans diminuer la pression en adventices puisque celle-ci est déjà proche de zéro.



Les losanges orange représentent les moyennes. Les combinaisons de modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 352. Rendement du froment en fonction des doses d'anti-dicotylées et des modalités de passage mécanique.**

## 18.4 Résultats de l'année culturale 2021-2022

Des fenêtres météorologiques sèches une semaine après le semis ont permis le passage de la herse étrille en pré-levée en automne. De plus, la météo a permis déjà tôt en saison (terre réessuyée en début mars) le passage de la herse étrille et de la houe rotative aux stades prévus par le protocole (tallage, redressement). Il a été possible de passer l'outil dans des conditions idéales (sol bien réessuyé avant le passage de l'outil suivi d'un temps sec pendant 48 heures).

En ce qui concerne la réalisation du désherbage chimique, celui-ci a pu être réalisé au stade plein tallage (22 mars). L'application est un peu plus précoce que l'année dernière. Par contre le temps froid et sec de ce printemps (avec vent desséchant) n'était pas des conditions idéales pour un désherbage chimique.

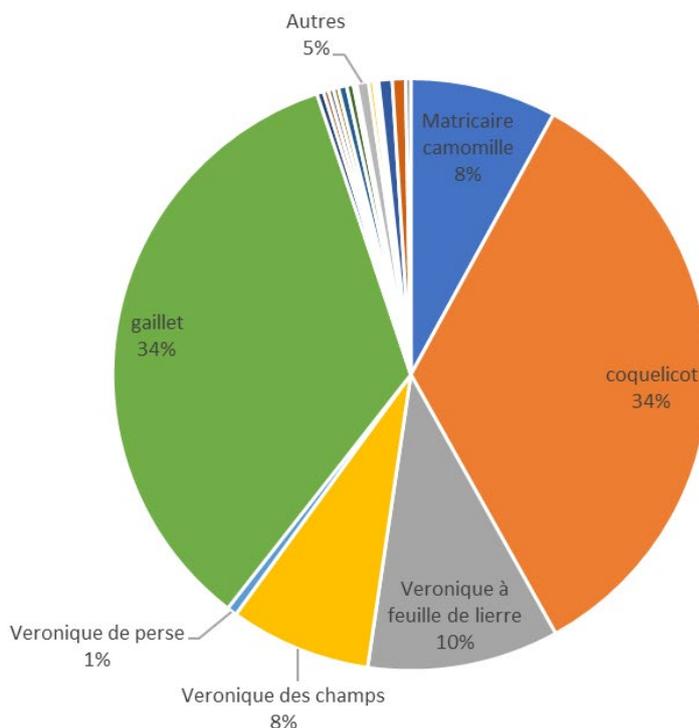
### 18.4.1 Evaluation des populations d'adventices

Les résultats sont issus de comptages systématiques (avant-après chaque opération de désherbage) (comme l'année 2020-2021). Toutefois, vu la nouvelle modalité avec un désherbage mécanique en pré-levée, il n'est pas possible de réaliser le premier comptage avant cette opération. Le premier comptage réalisé en sortie d'hiver servira donc de comparaison entre les parcelles pour déterminer l'efficacité du désherbage mécanique en pré-levée.

Lors du comptage des populations d'adventices, seulement trois graminées ont été comptées dans les quadrats. Cette absence de graminée empêche toute analyse. Par conséquent, il ne sera pas possible de déterminer l'impact du désherbage mécanique couplé ou non à un désherbage chimique sur une flore contenant des graminées.

Un effort quant à la recherche d'un site ayant une flore d'adventices avec des monocotylées sera réalisé cette année pour espérer pouvoir répondre à ce volet du projet.

La population de dicotylées est plus diversifiée que l'année 2020-2021. Celle-ci est composée lors du premier comptage de 5 espèces principales à savoir 34% de coquelicot, 34% de gaillet gratteron, 10% de véronique à feuille de lierre, 8% de véronique des champs et enfin 8% de matricaire camomille (figure 353).



**Figure 353. Composition initiale de la flore d'adventices 2021-2022.**

La variabilité spatiale de la flore d'adventices au premier comptage est plus modérée que l'année 2020-2021 avec une variation allant de zéro à 176 adventices par m<sup>2</sup> (figure 354). Néanmoins, on peut observer la présence d'une tache d'adventices plus importante dans la partie haute et centrale de l'expérimentation. Excepté peut être pour la ligne 25, à première vue, on n'observe pas une diminution du nombre d'adventices par le passage de la herse étrille à l'automne en pré-levée. De plus la pression en adventices à la sortie d'hiver est beaucoup plus raisonnable que l'année 2020-2021. Toutefois la présence même à faible densité de gaillets gratterons peut provoquer une concurrence forte sur la culture. En effet, le gaillet a la capacité de produire une biomasse importante.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	
600	120	32	28	20	40	28	84	48	28	68	32	20	56	60	88	48	88	176	44	68	60	56	24	24	20	12	16	28	
500	4	12	28	32	56	56	60	52	28	80	48	20	104	72	72	56	60	52	24	48	96	20	32	8	4	16	4	16	
400	4	12	8	16	20	40	20	12	24	44	32	24	48	32	36	44	32	36	28	20	12	16	20	8	28	8	0		
300	12	12	8	32	20	24	16	4	16	8	12	8	4	20	16	8	20	32	16	4	8	20	32	20	4	20	8	60	
200	4	12	24	24	8	12	16	32	4	0	12	12	20	4	8	16	12	28	8	12	16	16	8	12	4	16	16	12	
100	20	16	32	20	0	8	4	4	16	4	8	0	20	12	12	20	8	4	28	8	8	12	8	4	0	40	8	8	
	0	1x	2x	1	2x	1A+1P	1A	2x	1x	1A+1P	1x	2x	1A	0	0	2x	1x	1A	1A+1P	2x	1x	1x	1A+1P	2x	1A	2x	0x	1x	
	0	0	0	1x	1x	1x	0	0	0	1x	1x	1x	0	0	0	0	0	0	1x	1x	1x	1x	1x	1x	1x	0	0	0	0

Figure 354. Distribution spatiale du nombre d'adventices au premier comptage (2021-2022).

L'évolution du nombre d'adventices en fonction des différents traitements peut être observée sur la figure 355. On peut observer dans un premier temps une réduction importante du nombre d'adventices par m<sup>2</sup> avec l'utilisation de l'anti-dicotylée. La houe rotative combiné à la herse, la houe rotative combiné à la herse plus un second passage de herse et les 2 passages de herse semblent présenter la capacité de réduction du nombre d'adventices la plus importante.

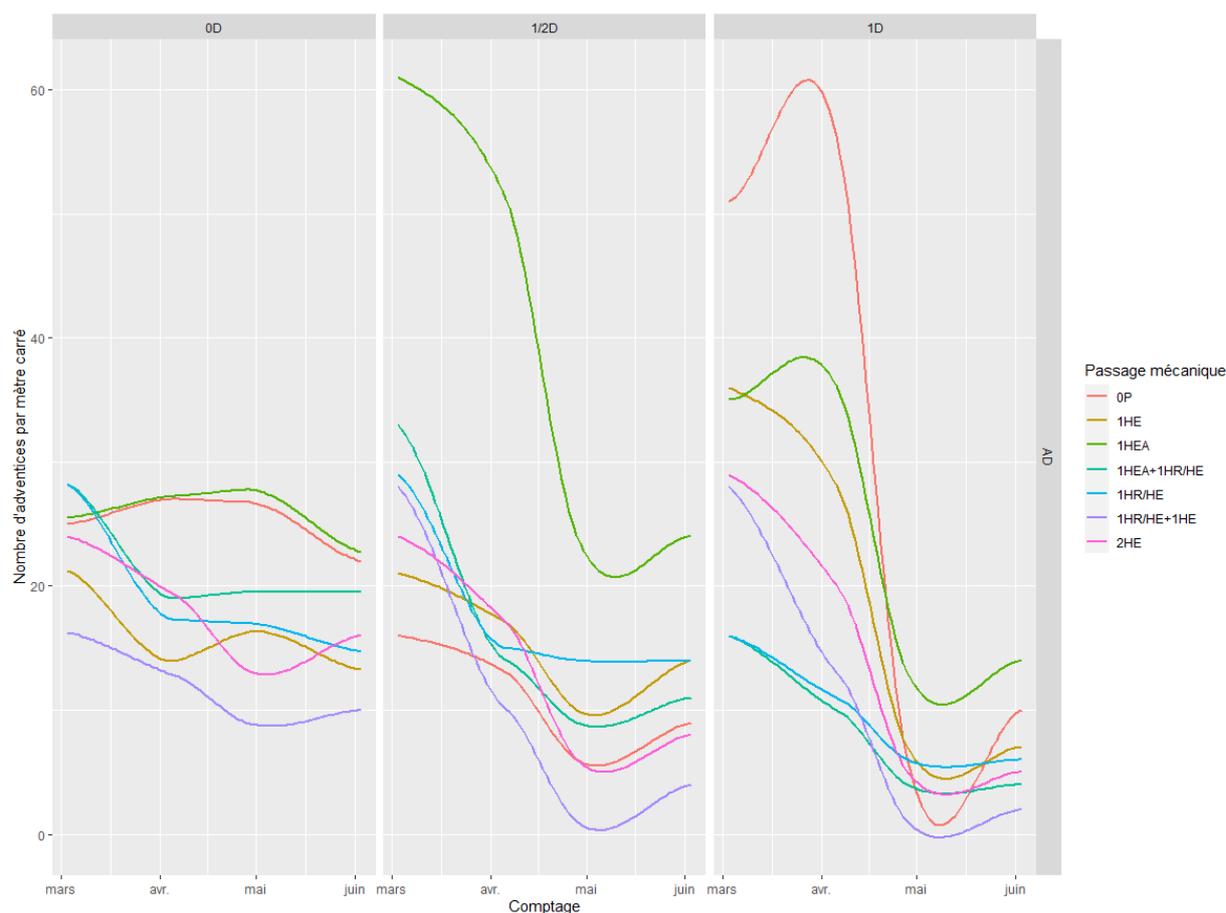


Figure 355. Evolution du nombre d'adventices en fonction du temps selon la dose d'anti-dicotylée et le nombre de passages mécaniques.

La détermination de l'efficacité du désherbage de la herse en prélevée a été analysée sur le nombre d'adventices absolu. Les autres modalités de désherbage ont été évaluées de la même manière que l'année 2020-2021 sur base du pourcentage de réduction du nombre d'adventices calculé comme suit :

$$\text{Réduction du nombre d'adventice(\%)} = \frac{\text{Adventices en } T0 - \text{Adventices en } Tn}{\text{Adventices en } T0} \times 100$$

Où *Adventices en T0* correspond au nombre d'adventices initial et *Adventices en Tn* correspond au nombre d'adventices après au minimum une opération de désherbage.

Cette équation est utilisée pour les raisons évoquées pour l'année 2020-2021.

Afin de mettre en évidence l'efficacité du désherbage mécanique, les pas de temps T0-T1, T1-T2 et T0-T2 ont été utilisés sur les modalités sans herbicides anti-dicotylée. De plus, afin d'évaluer l'efficacité du désherbage en pré-levée, le comptage en T0 est utilisé.

L'efficacité du désherbage chimique couplé au désherbage mécanique est analysé entre le pas de temps T0-T2

Les levées d'adventices observables entre mai et juin n'ont pas d'impact sur le rendement vu leurs levées tardives. De plus, elles n'auront pas la possibilité de grainer. Il n'y aura donc pas de calcul entre le pas de temps T2-T3 ou même T0-T3 pour ne pas « fausser » l'efficacité du désherbage.

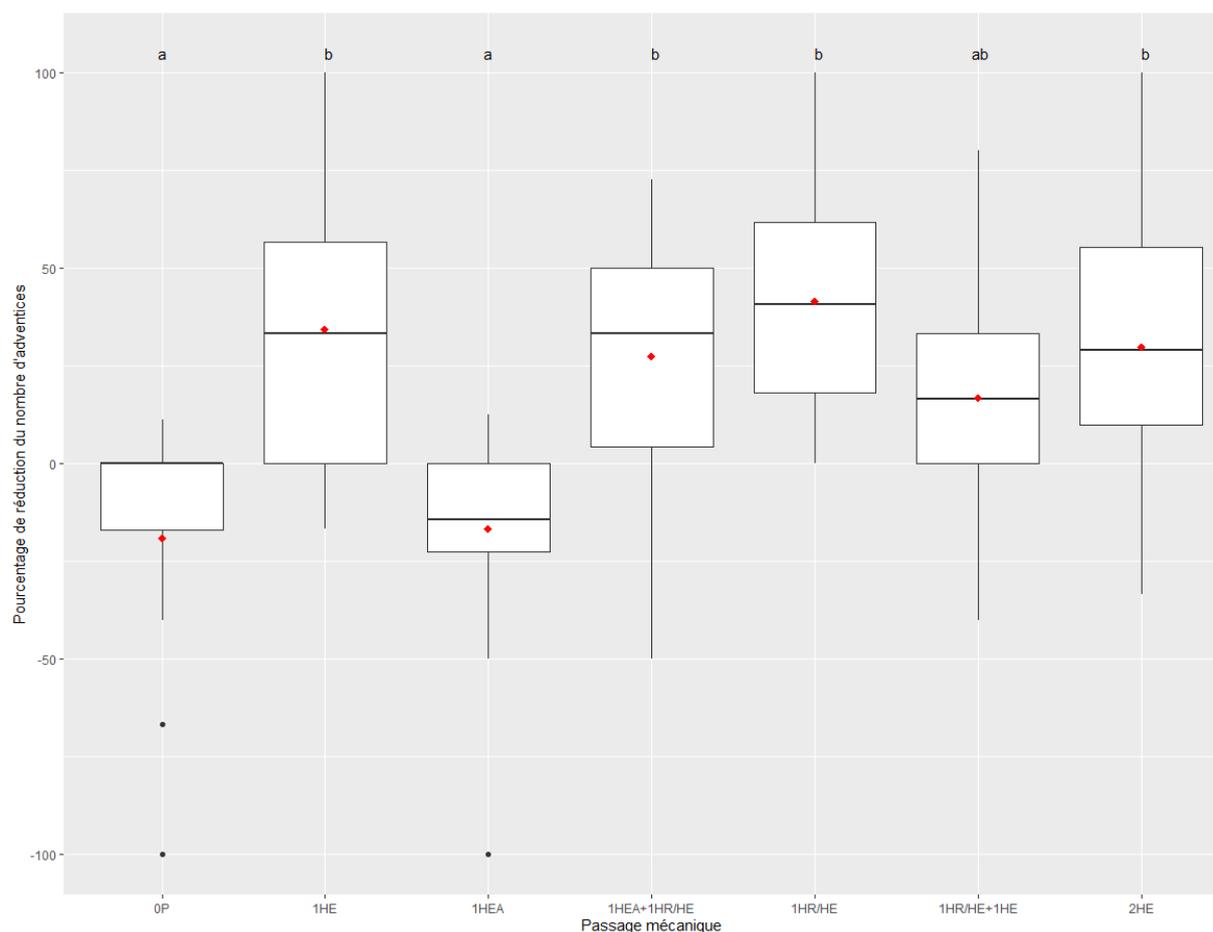
Une ANOVA sur un modèle mixte est réalisée sur chacun des pas de temps cités ci-dessus suivie d'une analyse post-hoc en réalisant un test de Tukey sur les moyennes marginales estimées. L'ensemble des analyses sont réalisées sur Rstudio avec le package *ggplot2*, *car*, *emmeans* et *lme4*.

#### **18.4.1.1 Efficacité du désherbage en prélevée.**

Lors du premier comptage réalisé en mars, aucune différence statistique du nombre d'adventices entre les différentes modalités n'a été observée. Il n'y a donc pas eu d'effet visible quant au nombre d'adventices par le passage du désherbage mécanique en pré-levée.

### 18.4.1.2 Efficacité du désherbage mécanique seul

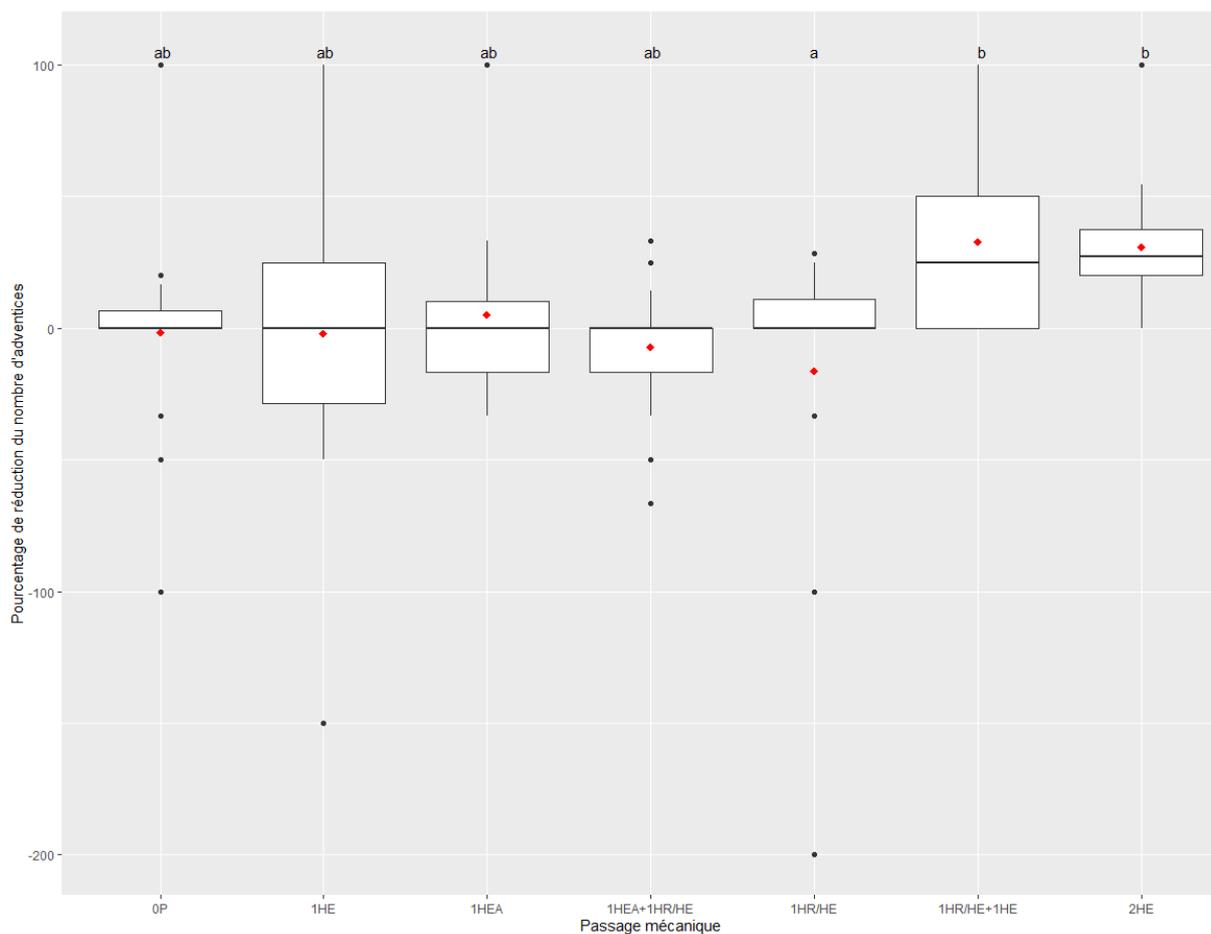
Une différence très hautement significative a été observée dès le premier passage d'outil mécanique au printemps ; avec un pourcentage de réduction statistiquement identique pour l'ensemble des modalités de désherbage ayant un passage mécanique. Contrairement à l'année 2020-2021, aucune différence entre la herse étrille et la houe rotative plus herse n'a été observée. Tandis que le désherbage a permis une réduction du nombre d'adventices entre 16.7 et 41.5%, dans ce même temps l'absence de désherbage a engendré une levée d'environ +17% d'adventices (figure 356).



Les losanges rouges représentent les moyennes. Les modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 356. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T1 en fonction des modalités de passages mécaniques.**

Entre le premier et le second passage de désherbage mécanique, une différence significative est observée. Contrairement à l'année 2021-2022, le second passage de herse a eu le même effet pour la modalité avec houe rotative que sans (figure 357) et a permis de diminuer d'environ 32% le nombre d'adventices. Les autres modalités sont dans l'ensemble proches de zéro.

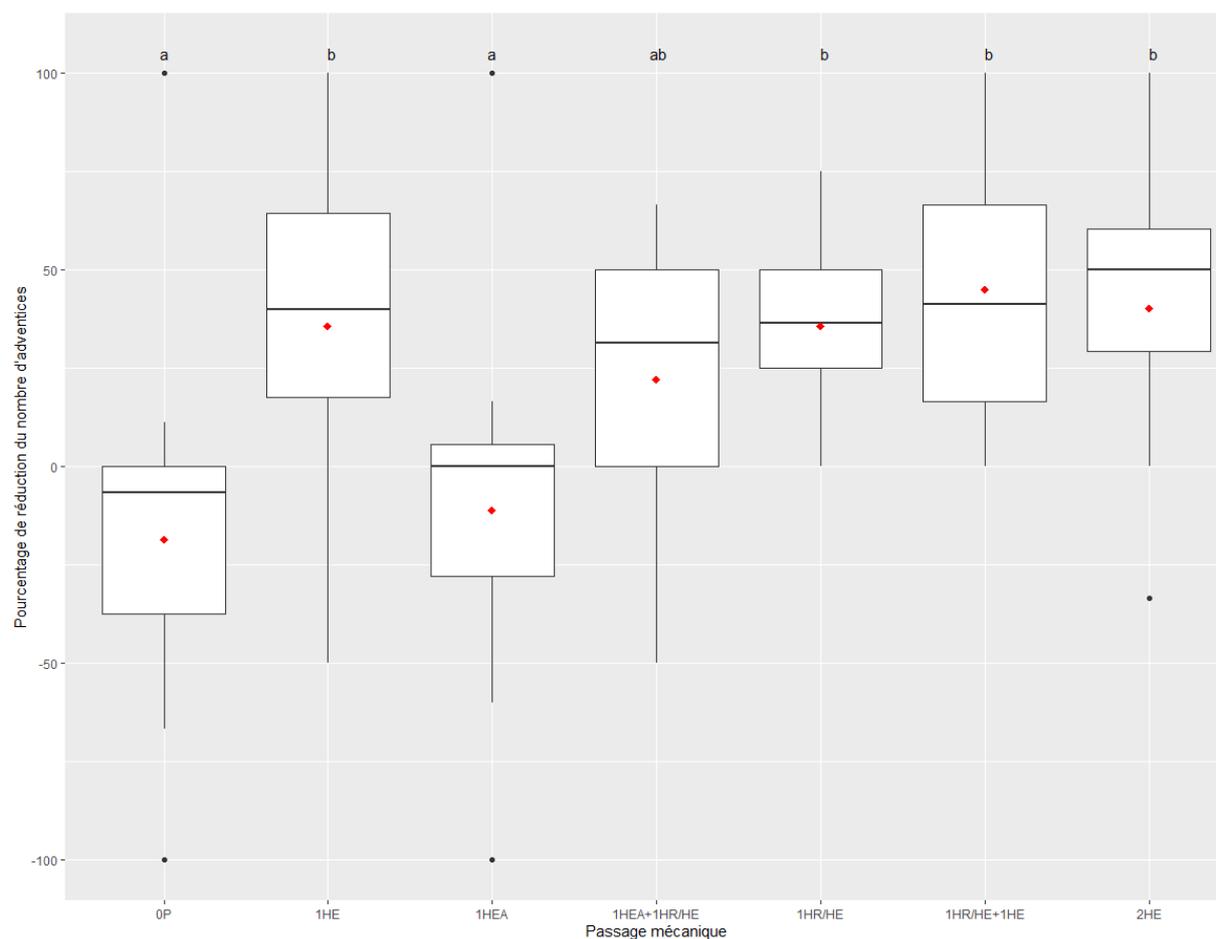


Les losanges rouges représentent les moyennes. Les modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 357. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T1 et T2 en fonction des modalités de passages mécaniques.**

Si l'on regarde entre T0 et T2 (figure 358), on peut s'apercevoir que la modalité de la herse étrille à l'automne a tout à fait le même comportement que la parcelle témoin (levées d'environ 15% d'adventices).

Par contre, contrairement à l'année 2020-2021, il n'y a pas de différence statistique entre les modalités avec un unique passage de désherbage et deux passages de désherbage. Ces modalités se trouvent toutes entre 35 et 45% d'efficacité. Ceci peut s'expliquer par les conditions météo ainsi que par le peu d'adventices au départ.



Les losanges rouges représentent les moyennes. Les modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 358.** Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T2 en fonction des modalités de passage mécanique.

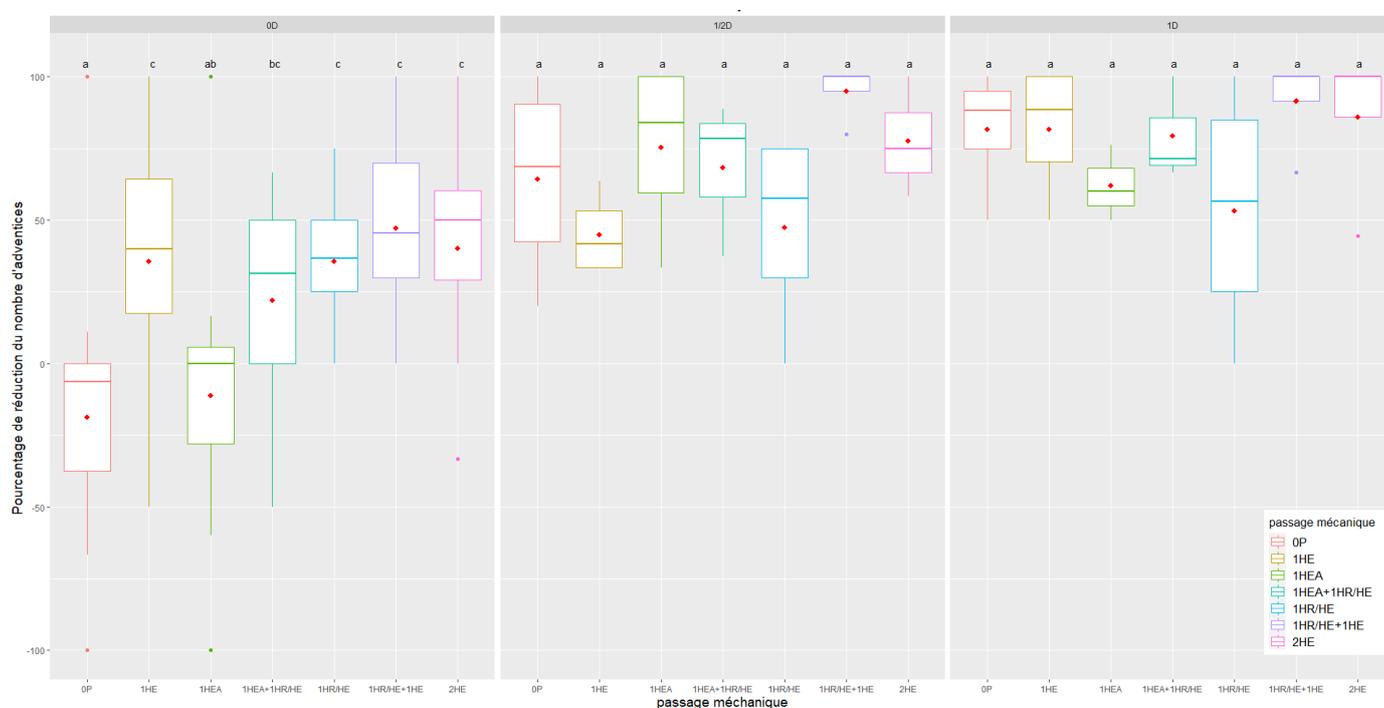
### 18.4.1.3 Effet du désherbage mécanique couplé au chimique

Il n'y a pas d'effet croisé du désherbage mécanique couplé au chimique cette année 2021-2022. L'analyse post hoc a été réalisée par dose.

Comme représenté sur la figure 359, tout comme les autres années, l'effet du désherbage chimique à base d'anti-dicotylée montre une bonne efficacité dès une demi-dose, même si celui-ci est proche de 50% pour certaine modalité. Ceci peut s'expliquer par la présence du gaillet qui a vu sa croissance fortement stoppée par le désherbage chimique mais qui n'a pas engendré automatiquement la mort de la plante.

De plus, des levées d'adventices après le désherbage chimique restent toujours possibles plombant le pourcentage de réduction du nombre d'adventices, d'autant plus quand la pression est faible à l'origine.

Par contre, il n'est pas possible d'observer une tendance claire d'amélioration du désherbage chimique quand celui-ci est couplé à du désherbage mécanique. Cette année, les meilleures modalités de désherbage mécanique ont des efficacités identiques à certaines modalités de désherbage chimique.



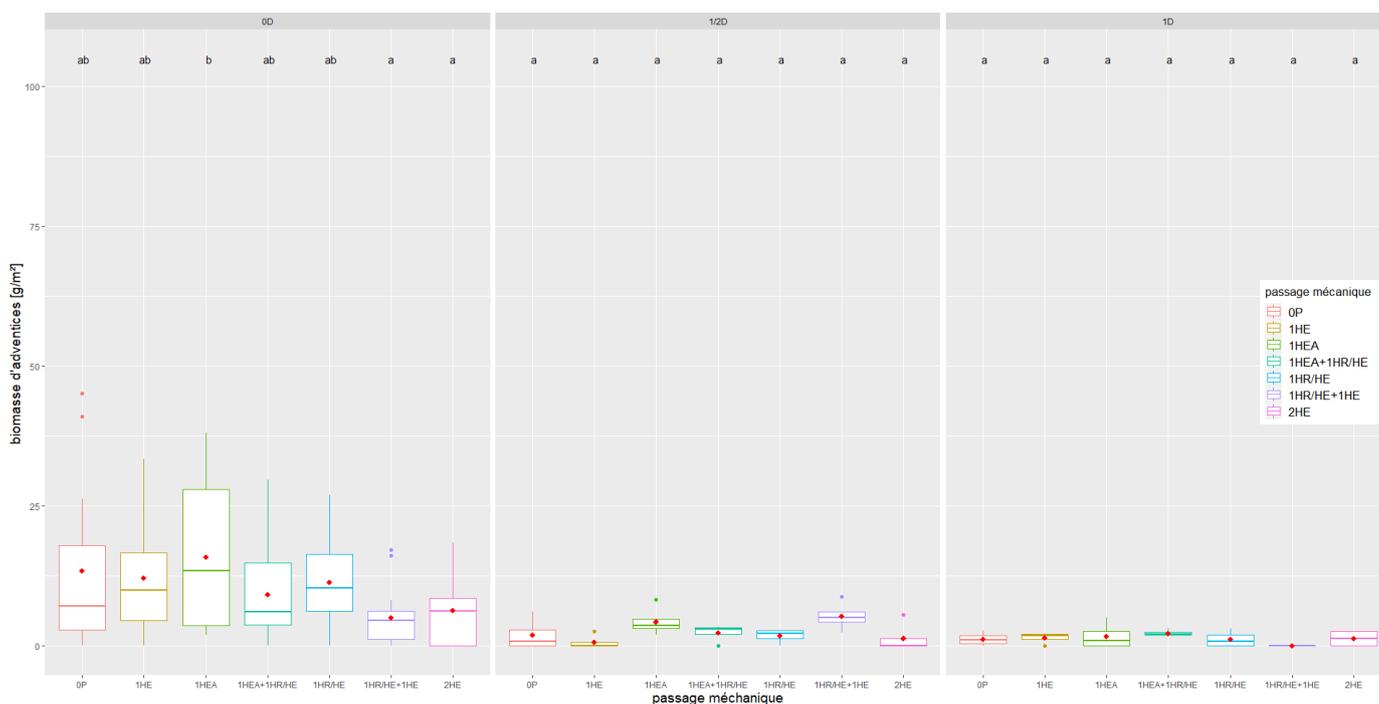
Les losanges noirs représentent les moyennes. Les combinaisons de modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey. Le test est réalisé par dose et non pas sur l'ensemble des doses.

**Figure 359.** Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T2 en fonction des doses d'anti-dicotylées et des modalités de passage mécanique.

#### 18.4.1.4 Effet sur la biomasse

Si l'on observe l'effet du désherbage sur la biomasse d'adventices à la floraison du froment, les différences entre modalités vont dans le même sens que les comptages. En effet, le désherbage chimique a permis d'avoir une biomasse d'adventices proche de zéro tandis qu'en désherbage mécanique seule la biomasse d'adventices est légèrement plus élevée (figure 360).

En mécanique, les modalités avec deux passages de herse ont les biomasses d'adventices les plus faibles suivies en intermédiaire des modalités avec un unique passage au printemps. La biomasse d'adventices est plus faible que l'année 2020-2021 principalement dû à une infestation initiale plus faible.



Les losanges orange représentent les moyennes. Les combinaisons de modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 360. Biomasse d'adventices à floraison du froment en fonction des doses d'anti-dicotylées et des modalités de passage mécanique.**

### 18.4.2 Effet sur le rendement

Comme illustré sur la figure 361, on peut observer une corrélation négative entre le rendement et la biomasse d'adventices. Celle-ci est moins flagrante que l'année 2020-2021. En effet cette année, les parcelles sans désherbage avaient naturellement une biomasse d'adventices plus faible. Toutefois, elle met bien en avant qu'il est important de limiter le développement d'adventices si l'on désire un rendement élevé.

Les rendements absolus les plus élevés ont été observés dans des parcelles avec anti-dicotylée et les rendements les plus faibles sont les parcelles témoins ou celles uniquement avec un désherbage en prélevée à l'automne.

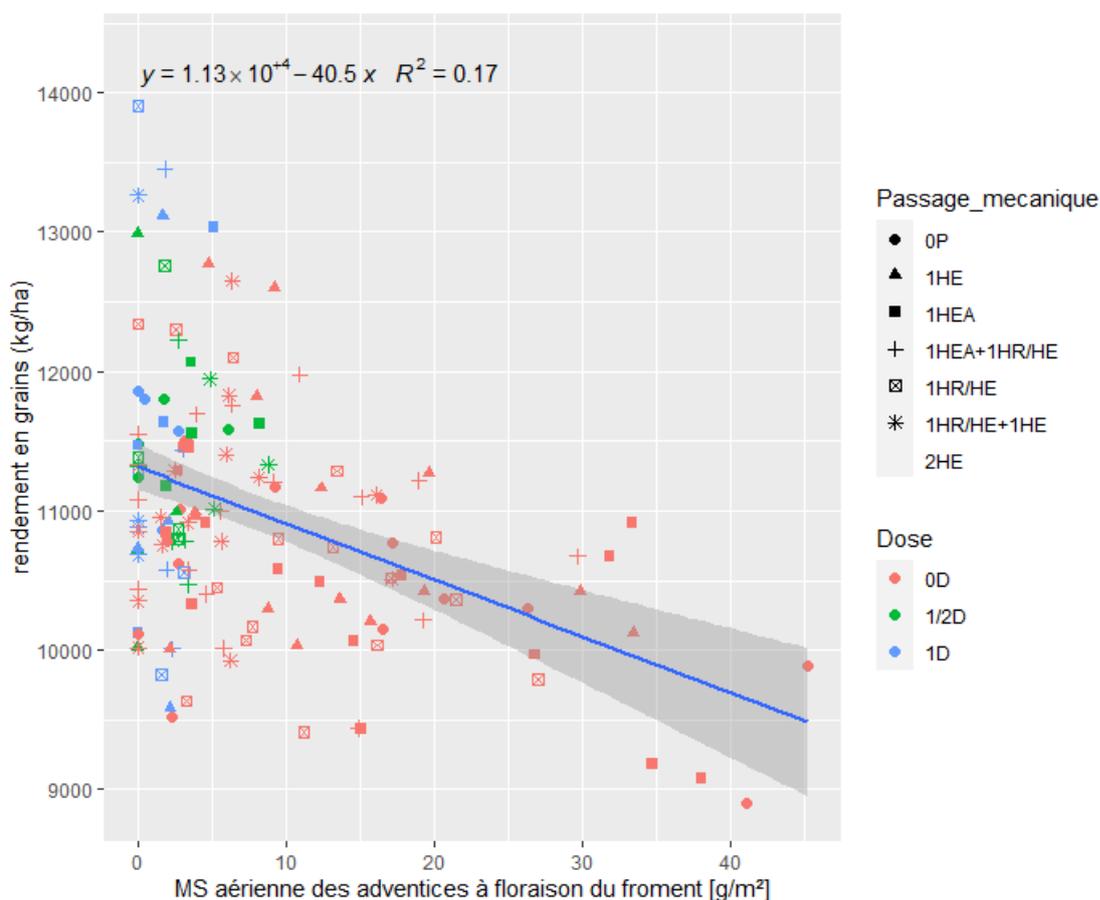
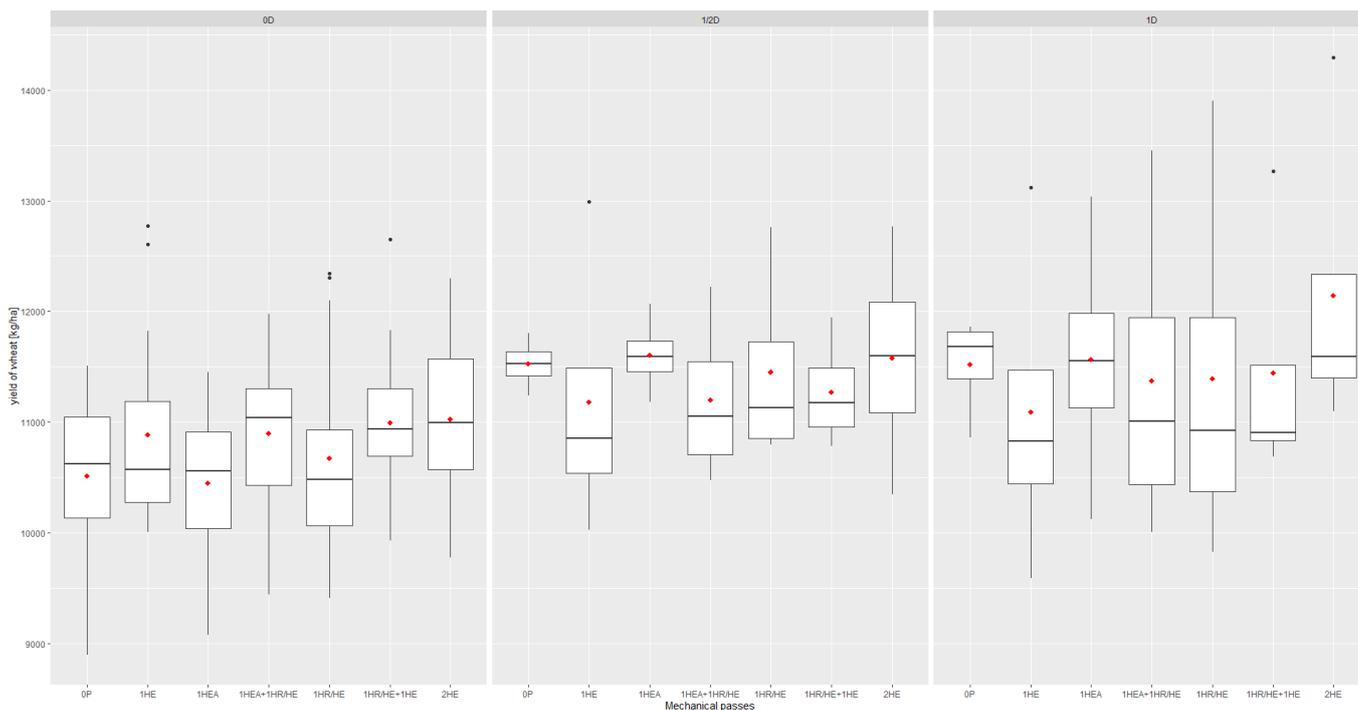


Figure 361. Rendement en grains à 15% d'humidité selon la biomasse en MS d'adventice à floraison du froment.

Seul le facteur « dose de l'anti-dicotylée » est significatif avec un rendement supérieur pour la demi et la pleine dose d'anti-dicotylée par rapport à aucune dose. Toutefois si l'on regarde un peu plus en détails les résultats de la récolte 2022 (figure 362), malgré aucune différence statistique, on peut s'apercevoir que le rendement a tendance à augmenter avec l'agressivité du désherbage mécanique. Contrairement à l'année 2020-2021, cette tendance semble identique que ce soit à zéro, demi ou pleine dose d'anti-dicotylée. Cette différence pourrait s'expliquer par une meilleure sélectivité du désherbage mécanique cette année 2021-2022 comparé à l'année 2020-2021.

De plus vu l'année sèche, il n'est pas impossible que le désherbage mécanique, de par son action physique sur le sol, ait permis d'augmenter le rendement comme cela avait été décrit dans le précédent rapport pour l'année 2019-2020.



**Figure 362. Rendement du froment en fonction des doses d'anti-dicotylées et des modalités de passage mécanique. Les losanges orange représentent les moyennes.**

## 18.5 Discussion

Les années 2020-2021 et 2021-2022 peuvent nous apporter une multitude d'informations. Ces deux années se distinguent par une météo qui fut très différente (humide/sèche) et par une infestation très importante pour l'année 2020-2021 et une infestation plus raisonnable pour l'année 2021-2022. De plus, la flore était très monospécifique (matricaire) la première tandis qu'elle était plus variée pour la seconde. Malheureusement, comme déjà évoqué précédemment, il n'y avait pas de graminées dans les essais, ce qui empêche toute information quant à l'effet du désherbage mixte (chimique et mécanique) sur les graminées. La discussion se concentrera donc sur l'effet du désherbage sur la flore adventice de type dicotylée.

Tout d'abord, pour l'ensemble des deux années, on observe une efficacité plus grande du désherbage chimique (dès une demi-dose) comparé au désherbage mécanique. Ceci est d'autant plus vrai que l'infestation de départ est élevée. De plus, au vu des résultats accumulés au cours ce projet, il n'y a généralement pas d'effet cumulatif du désherbage chimique anti-dicotylée couplé à un désherbage mécanique. Par contre, dans le cadre de ces expérimentations, il n'a pas été possible de tirer des enseignements sur l'efficacité d'un désherbage chimique anti-graminée à demi dose couplé à un désherbage mécanique, vu la faible pression des adventices de type graminée.

Dans un but de réduction des produits phytopharmaceutiques, il serait intéressant d'arriver à contrôler la flore adventice de type dicotylée par le désherbage mécanique. Toutefois, on peut s'apercevoir que celui-ci n'arrive pas à avoir la même efficacité que le désherbage chimique et d'autant plus que la pression initiale en adventices est forte. Une discussion plus approfondie des différentes modalités de désherbage utilisées et des pistes de solutions quant à l'amélioration absolue sera donc proposée.

Afin d'optimiser l'efficacité du désherbage mécanique, celui-ci doit être réalisé dans des conditions de sol réessuyé avec au moins 48h sans pluie après le passage. Toutefois, les passages ont été réalisés dans des conditions météorologique optimales, ne pouvant donc expliquer une efficacité parfois plus faible de l'option mécanique par rapport à l'option chimique.

Concernant le désherbage utilisant uniquement la herse étrille en sortie d'hiver, celui-ci peut faire face à un sol battant. Dans de telles conditions, les dents de la herse étrille de derrière peuvent tomber dans la trace formée par celles de devant engendrant un travail du sol non homogène (figure 363) et ainsi réduisant l'efficacité de désherbage de la herse.



**Figure 363. Photo représentant le passage préférentiel provoqué par l'action des dents de herse étrille sur un sol glacé à la sortie de l'hiver (2020-2021).**



**Figure 364. Photos représentant un sol écroulé après un passage de houe rotative avant (A) et après passage de la herse étrille (B). (2020-2021).**

Dans de telles circonstances, le passage de la houe rotative permet de briser la croûte de battance (figure 364) et ainsi permettre par la suite un travail beaucoup plus homogène de la herse étrille, améliorant de ce fait l'efficacité du désherbage. C'est ainsi que l'année 2020-2021 (où la croûte de battance était très importante), les modalités avec houe rotative et herse combinées ont permis d'avoir le meilleur rapport entre qualité de désherbage (même si celui-ci était encore loin d'être parfait) et rendement.

Toutefois associé au chimique, cette combinaison perd de son intérêt du fait du manque de sélectivité de la méthode (recouvrement du froment très important, arrachage de talle...). Par contre, une année comme celle de 2021-2022 où en sortie d'hiver le glaçage était beaucoup moins important, le passage de la houe rotative entraîne une plus-value inexistante par rapport à deux passages de herse.

L'efficacité dans les essais reste plus faible que ce qui pourrait dans l'absolu être réalisé en plein champ. En effet, comme déjà évoqué dans les précédents rapports, il est conseillé de réaliser un passage de la herse étrille croisé par rapport aux lignes de semis (10-20%), il n'est toutefois pas possible de le réaliser dans l'expérimentation du fait du dispositif expérimental en micro parcelle.

De plus, le désherbage mécanique avec des outils en plein comme la herse et la houe rotative ont une efficacité beaucoup plus élevée à des stades précoces des adventices (fil blanc, cotylédon, max deux première feuilles). Après ces stades, l'efficacité et la sélectivité des outils de désherbage en plein diminuent fortement. En céréales d'hiver, il est très compliqué de pouvoir passer à ces stades (en sortie d'hiver la majorité des adventices sont au stade rosette). En effet, le froment étant semé en automne, il est très compliqué d'avoir des conditions assez sèches pour réaliser des désherbages mécaniques à

l'automne. L'insertion d'un passage de herse en automne en pré-levée a su être réalisée en 2021 et 2022 mais n'a pas permis de diminuer la pression en adventices. Ceci peut s'expliquer par :

- les conditions qui restent malgré tout humides à cette période ;
- la nécessité d'un réglage moins agressif de la herse étrille pour ne pas détruire les germes de froment ;
- la grande période de germination possible des adventices jusqu'au printemps.

Afin d'arriver à gérer la flore adventice sans herbicide (ou à une fréquence/dose plus faible), il est important de mettre en place des stratégies combinées (rotation de culture, travail du sol, gestion de la période de l'interculture...). Concernant la culture de froment d'hiver, l'un des leviers principaux de prophylaxie est le retard de la date de semis. En effet, plus le semi est tardif, moins les adventices sont aptes à germer. De plus, si le semi est tardif cela signifie qu'à la sortie d'hiver, l'adventice a eu moins de temps pour se développer, et pourrait dès lors potentiellement être plus facile à gérer par le désherbage mécanique. De plus comme démontré dans ce rapport (et les années précédentes), en cas d'infestation faible en début de saison, le désherbage mécanique n'engendre peu (voir pas) de perte de rendement. Il serait dès lors intéressant de modifier l'expérimentation pour croiser l'effet du désherbage mécanique/couplé chimique à la date de semis du froment.

Il serait toutefois, pour une question de temps et de nombre de modalité, plus facile d'utiliser un herbicide qui a, à la fois, un spectre anti-dicotylée et anti-graminée. En effet, il sera toujours possible d'analyser l'effet du désherbage uniquement sur les graminées et uniquement sur les dicotylées grâce aux comptages par espèces réalisés. En cas de présence de graminées dans l'expérimentation en 2022-2023, il sera donc possible de tirer les mêmes informations que si les herbicides étaient séparés. De plus en cas d'année sans graminées, cela évite d'avoir une expérimentation où la moitié des modalités ont reçu un herbicide d'aucune utilité.

## 18.6 Conclusion

Les années 2020-2021 et 2021-2022 ont permis de tirer des enseignements importants concernant la gestion de la flore adventice de type dicotylée (pas de graminée dans l'expérimentation) :

- le désherbage chimique dès la demi dose reste plus efficace que le désherbage mécanique seul ;
- il ne semble pas y avoir d'effet bénéfique d'utiliser à la fois le désherbage mécanique et le désherbage chimique pour gérer la flore adventice de type dicotylées (sans doute un intérêt si la flore possède des graminées) ;
- le désherbage mécanique permet une gestion suffisante de la flore d'adventices si celle-ci est présente à une pression raisonnable (avec peu/voir pas de perte de rendement) ;
- en cas de sol battant, l'introduction de la houe rotative semble améliorer l'efficacité du désherbage grâce à un travail de la herse plus homogène ;
- en cas de fortes infestations, le désherbage mécanique peine à réaliser un désherbage suffisant sans avoir de conséquences sur le rendement et sur le potentiel salissement des parcelles pour les années futures (quantité de graines produites importantes).

Le désherbage mécanique pourrait être amélioré si celui-ci était réalisé à des stades plus précoces des adventices. C'est pourquoi un désherbage en pré-levée à l'automne avait été testé en 2021-2022 mais malheureusement le passage à l'automne n'a pas eu d'effet sur la pression en adventices. Il semble très compliqué de réaliser des désherbages mécaniques à l'automne au vu de l'humidité ambiante.



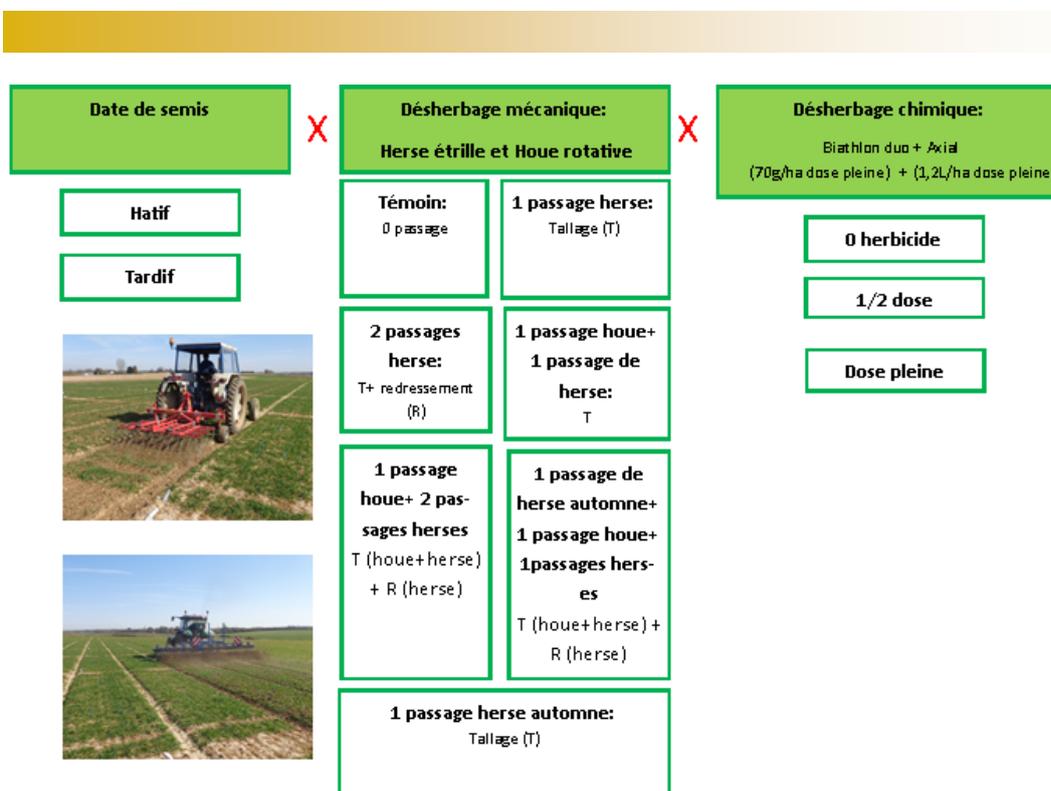
Dans une gestion de type intégré, il est important de mettre en place des techniques préventives avant les techniques curatives. C'est pourquoi, il est proposé d'ajouter un facteur date de semis (facteur influençant fortement la levée des adventices) dans l'expérimentation de 2022-2023 afin de mettre en lumière l'effet cumulatif que pourrait avoir le désherbage mécanique et la date de semis du froment. Le postulat est que plus le semis est tardif, moins la pression en adventices est élevée à la base et plus ces adventices sont à des stades juvéniles en sortie d'hiver, permettant de ce fait une meilleure gestion par les outils de désherbage mécanique de la flore.

## 19 Annexe 8 : Evaluation du désherbage mécanique en culture de céréales avec ou sans combinaison avec du désherbage chimique – année 2023

---

### 19.1 Dispositif expérimental

Cette expérimentation comporte deux dates de semis du blé (hâtif, tardif) sur lesquelles des modalités de désherbage mécanique (herse étrille, houe rotative) à plusieurs gradients d'intensité (0, 1, 2 passages de herse, 1 passage de houe + 1 passage de herse, 1 passage de houe + 2 passages de herses, 1 passage de herse automne +1 passage de houe + 1 passage de herse, 1 passage de herse automne) croisées à l'utilisation d'herbicides à différentes doses d'application (0, ½ dose et pleine dose) ont été testées (figure 365).



### 42 Modalités

dose herbicide	Semi hatif			Semi tardif		
	0	1/2	1	0	1/2	1
0 Passage	1	2	3	22	23	24
1 herse	4	5	6	25	26	27
2 herse	7	8	9	28	29	30
1 houe/herse	10	11	12	31	32	33
1 houe/herse +herse	13	14	15	34	35	36
1 herse automne +houe/herse printemps	16	17	18	37	38	39
1 herse automne	19	20	21	40	41	42

Bordure																																									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42

Figure 365. Protocole expérimental 2022-2023 de désherbage du froment.

Cette expérimentation est menée en micro parcelles (2\*8m) sur les terres de la ferme expérimentale de Gembloux Agro Bio-Tech et comporte 42 modalités et quatre répétitions.

Lors des années précédentes, les herbicides utilisés étaient séparés selon la famille (anti-graminées et anti-dicotylées) tandis que cette année 2022-2023, il a été décidé de rassembler les deux herbicides et ainsi réaliser un traitement à la fois sur les dicotylées et les graminées. Les produits utilisés ainsi que leurs doses restent par contre inchangés, c.-à-d. l'utilisation des produits commerciaux tels que l'Axial pour l'anti-graminées (50 g.L<sup>-1</sup> pinoxaden et 12.5 g.L<sup>-1</sup> cloquintocet-mexyl) et le Biathlon duo pour l'anti-dicotylées (71.4% tritosulfuron et 5.4% florasulam).

Les années précédentes, il a été observé que le désherbage mécanique avait une efficacité qui restait plus faible que le désherbage chimique. Afin d'arriver à diminuer la nuisibilité des adventices et améliorer le désherbage, il a été choisi de tester la date de semis comme nouveau facteur. En effet, un semis plus tardif permet de diminuer la pression initiale en certaines adventices tel que le vulpin. L'effet de la date de semis

sur le vulpin a déjà été démontré par Delphine Jaunard (Jaunard *et al*, 2013) dans un projet précédent de la Région wallonne. Par contre, l'effet bénéfique de la date de semis avec le désherbage mécanique n'a pas été testé. L'hypothèse est qu'un semis tardif permet :

- diminuer la pression initiale en adventices,
- d'améliorer l'efficacité du désherbage mécanique au printemps grâce à une intervention sur des stades plus jeunes d'adventices et
- de diminuer la nuisibilité des adventices présentes de par un développement relatif avec le froment plus faible.

## 19.2 Observations

L'ensemble des observations réalisées sur l'année culturale 2022-2023 est identique aux observations réalisées lors des deux dernières années (2020-2021 et 2021-2022) et ont pour objectif de caractériser le développement des adventices et de la céréale pendant la phase végétative, ainsi que de déterminer le rendement du froment au terme de la culture. Le relevé des adventices pour chaque modalité est réalisé au sein d'un quadrat de 0,25 m<sup>2</sup> par parcelle. Il est réalisé par espèce d'adventices. Elles sont dénombrées ainsi que caractérisées. Pour ce faire :

- les relevés ont lieu, pour l'ensemble des modalités, après chaque opération de désherbage sur l'expérimentation ;
- une biomasse des adventices est réalisée à la floraison du froment ;
- un suivi des stades de développement du froment (échelle BBCH) et de son état sanitaire est effectué ;
- la mesure du rendement en grains est réalisée.

Les dates de désherbage ainsi que de comptage sont reprises dans le tableau 51

**Tableau 51. Semis, activités de désherbages et prises de données réalisées en 2022-2023.**

Date	Activités	stade froment	
17-10-22	Semis première date	250gr/m <sup>2</sup>	
14-11-22	Désherbage herse étrille automne ( semis hatif)	Pautomne	3 feuilles
21-11-22	Semis deuxième date	300gr/m <sup>2</sup>	
19-03-23	Comptage initial	T0	Tallage (tardif) plein tallage (hatif)
28-03-23	Désherbage chimique		Plein tallage
03-04-23	Deuxième comptage	T1	Plein tallage(tardif) redressement (hatif)
21-04-23	Désherbage herse étrille	P1	Redressement (tardif) 1er nœud (hatif)
05-05-23	Troisième comptage	T2	Elongation(tardif) dernière feuille (hatif)
12-06-23	Quatrième comptage et biomasse d'adventices	T3	Floraison

## 19.3 Résultats

Les conditions météorologiques de l'automne 2022 ont permis de réaliser un passage de la herse étrille uniquement pour la première date de semis au stade 3 feuilles du froment (tandis que l'année d'avant celui-ci avait été réalisé, en prélevée). Par contre, pour le semis tardif, il n'a pas été possible de réaliser un désherbage à l'automne. En effet, à partir de la mi-novembre, il devient compliqué d'avoir des conditions séchantes permettant le désherbage mécanique.

Les conditions météorologiques très difficiles du début du printemps 2023 n'ont pas permis de réaliser les opérations de désherbage mécanique prévues au protocole. En effet, aucune fenêtre météorologique

favorable (et de disponibilité) n'a été trouvée avant la fin avril (désherbage réalisé le 21/04/2023). C'est la première fois depuis le début du projet (2019) qu'il n'est pas possible de réaliser le désherbage mécanique aux stades souhaités. Afin que cette année reste la plus riche possible en enseignement, une modification du protocole a été opérée. Le stade avancé du froment ne permettant plus d'utiliser la houe rotative, seule la herse étrille a été utilisée. Le nombre de passages de la herse étrille (0-1-2 passages) a été réalisé le même jour (le 21/04/2023) et non pas réparti dans le temps comme prévu initialement. Les modalités recevant deux passages de herse ont reçu le premier dans un sens et le second dans l'autre sens (mais toujours parallèlement à la ligne de semis).

En ce qui concerne la réalisation du désherbage chimique, celui-ci a pu être réalisé au stade plein tallage (fin mars).

### 19.3.1 Évaluation des populations d'adventices

Les résultats sont issus de comptages systématiques (avant-après chaque opération de désherbage).

La réduction du nombre d'adventices a été calculée sur base des comptages systématiques afin de mesurer l'efficacité du désherbage et se formule comme suit :

$$\text{Réduction du nombre d'adventices}(\%)_t = \frac{Adv_{t-1} - Adv_t}{Adv_{t-1}} * 100$$

Où  $Adv_{t-1}$  est le nombre d'adventices avant l'opération de désherbage et  $Adv_t$  est le nombre d'adventices après l'opération de désherbage.

Une valeur de 100% indique donc que l'ensemble des adventices a été contrôlé par l'opération de désherbage tandis qu'une valeur de 0% signifie que le nombre d'adventices après l'opération est identique à avant. Une valeur négative signifie donc qu'il y a eu de nouvelles levées d'adventices entre deux comptages.

Toutefois, concernant la modalité de désherbage mécanique à l'automne, l'efficacité a été évaluée uniquement sur base du premier comptage en sortie d'hiver.

#### 19.3.1.1 Flore adventice

La flore initiale de l'expérimentation Sol-Phy-Ly est composée à la fois de graminées et de dicotylées. Les graminées sont représentées quasi exclusivement par du vulpin. Les espèces dominantes chez les dicotylées sont la véronique des champs, le coquelicot, la matricaire camomille, la renouée des oiseaux et le gaillet.

La pression moyenne de l'ensemble des espèces citées ci-dessus ainsi que leurs pourcentages relatifs dans la composition initiale de la flore sont présents dans le tableau 52

**Tableau 52. Composition initiale de la flore adventice.**

Nom Vernaculaire	Adventices/m <sup>2</sup>	Pourcentage
Véronique des champs	67	43.12
Coquelicot	29	18.39
Vulpin	27	17.47
Matricaire camomille	24	15.21
Renouée des oiseaux	3	1.99
Gaillet gratteron	3	1.76

La variabilité spatiale de la flore d'adventices au premier comptage était très importante avec une variation allant de 16 à 532 adventices par m<sup>2</sup>. Par contre, cette hétérogénéité suit un gradient gauche droite et est donc bien cernée par les différents blocs. (figure 366)

	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37
200	248	364	220	244	344	444	192	B	B	168	104	148	200	164	224	136	B	B	148	144	140	72	92	172	84	B	B	140	B	B	92	204	140	80	108
300	152	196	264	272	300	280	236	B	B	148	136	112	68	76	80	100	B	B	108	80	132	52	156	96	64	B	B	136	B	B	160	56	16	60	48
400	212	164	308	228	196	168	184	B	B	152	176	304	68	144	48	152	B	B	76	36	68	76	100	104	88	B	B	48	B	B	96	56	32	44	44
600	472	332	224	184	156	164	212	B	B	176	208	272	228	252	120	300	B	B	120	168	132	116	204	36	80	B	B	B	176	196	64	68	108	48	128
700	532	464	316	136	148	224	188	B	B	120	236	296	300	160	148	100	B	B	80	112	180	120	276	200	120	B	B	B	140	140	40	40	56	108	216
800	412	440	300	168	212	144	164	B	B	140	312	312	236	348	120	92	B	B	28	80	116	68	56	156	172	B	B	B	184	68	52	80	96	112	324

Figure 366. Distribution spatiale du nombre d'adventices au premier comptage.

L'évolution du nombre d'adventices en fonction des différents traitements peut être observée sur la figure 367. De manière globale, une fois l'herbicide appliqué, le nombre d'adventices par m<sup>2</sup> a été réduit. Tandis que sans herbicides, les passages de herse semblent induire une diminution du nombre d'adventices plus importante en semis tardif. La parcelle non désherbée en semis hâtif semble avoir moins de nouvelles levées qu'en semis tardif.

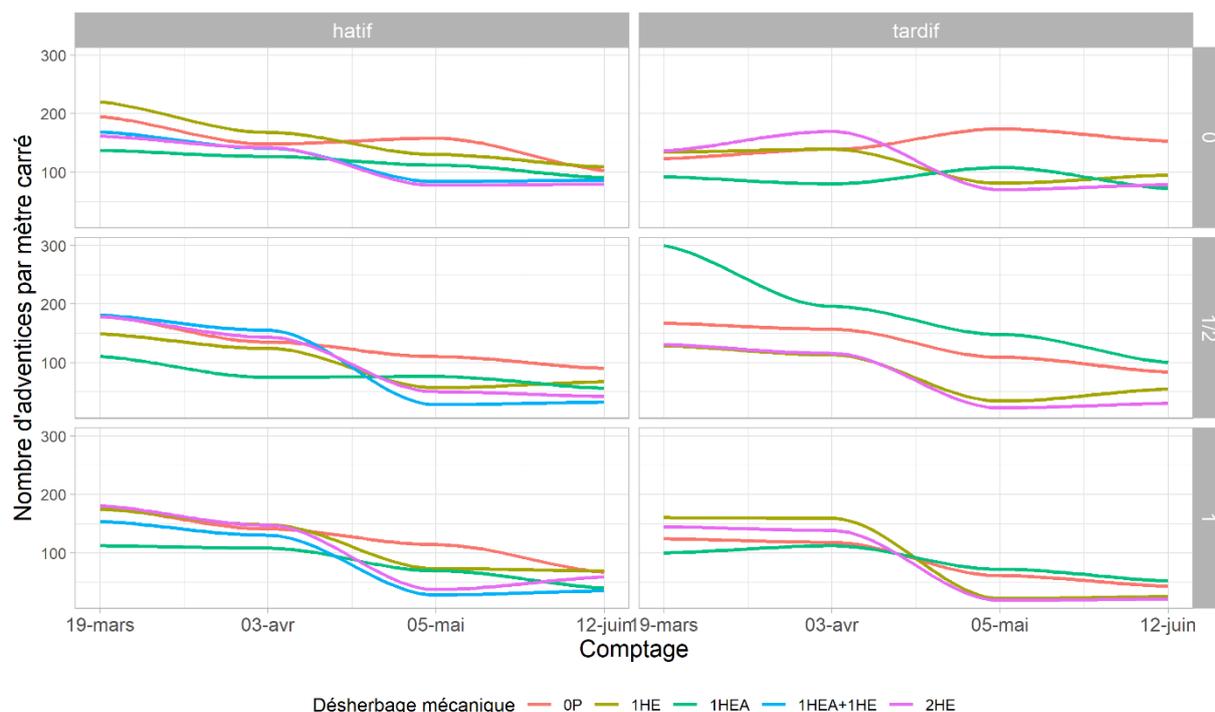


Figure 367. Tendence de l'évolution du nombre d'adventices en fonction du temps selon la date de semis, la dose d'herbicide et les opérations de désherbage mécanique.

Une ANOVA sur un modèle mixte est réalisée sur chacun des pas de temps cités ci-dessus suivie d'une analyse post-hoc en réalisant un test de Tukey sur les moyennes marginales estimées. L'ensemble des analyses sont réalisées sur Rstudio avec le package *ggplot2*, *car*, *emmeans* et *lme4*.

En cas de non-respect de la normalité, une transformation est réalisée (log ou arcsin).

### 19.3.2 Efficacité du désherbage à l'automne

Le désherbage à l'automne n'a pu être réalisé que sur les modalités en semis hâtif. Celui-ci a été réalisé au stade trois feuilles du froment et non pas en prélevée comme durant l'année 2021-2022.

Aucun effet sur la population de dicotylées n'a été observé. Par contre, un effet significatif du passage de la herse à l'automne a été noté avec un nombre de graminées en sortie d'hiver deux fois moins élevé que sans aucun passage de herse (tableau 53).

**Tableau 53. Nombre de graminées moyen/m<sup>2</sup> en sortie d'hiver selon les modalités de désherbage mécanique.**

Désherbage mécanique	Nombre de graminées/ m <sup>2</sup>	Erreur standard	
1HEA	7.46	4.57	a
1HE	17.82	11.15	b
OP	22.29	13.96	b
2HE	22.56	13.44	b

*1HEA = un passage de herse à l'automne, 1HE = un passage de herse à l'automne, OP = pas de passage, 2HE = deux passages de herse à l'automne. Les modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.*

### 19.3.3 Effet de la date de semis sur la pression initiale en adventices

Un effet très hautement significatif de la date de semis du froment sur la pression en adventices en sortie d'hiver a été observé. Cet effet a eu lieu sur les dicotylédones aussi bien que sur le vulpin. Le décalage de la date de semis a permis de diminuer d'environ 40% la pression en graminées (passant de 23 graminées/m<sup>2</sup> à 14 graminées/m<sup>2</sup>) et de 22% la pression en dicotylées. Le nombre moyen d'adventices pour les deux dates de semis sont repris dans le tableau 54

**Tableau 54. Nombre d'adventices moyen /m<sup>2</sup> en sortie d'hiver selon la date de semis et la nature des adventices.**

Date de semis	Nombre d'adventices/m <sup>2</sup>		
	Adventices total	Erreur standard	
tardif	138.13	31.94	a
hatif	177.27	31.94	b
	<b>Graminée</b>		
tardif	14.37	8.73	a
hatif	23.32	14.16	b
	<b>Dicotylée</b>		
tardif	114.53	24.18	a
hatif	142.87	24.18	b

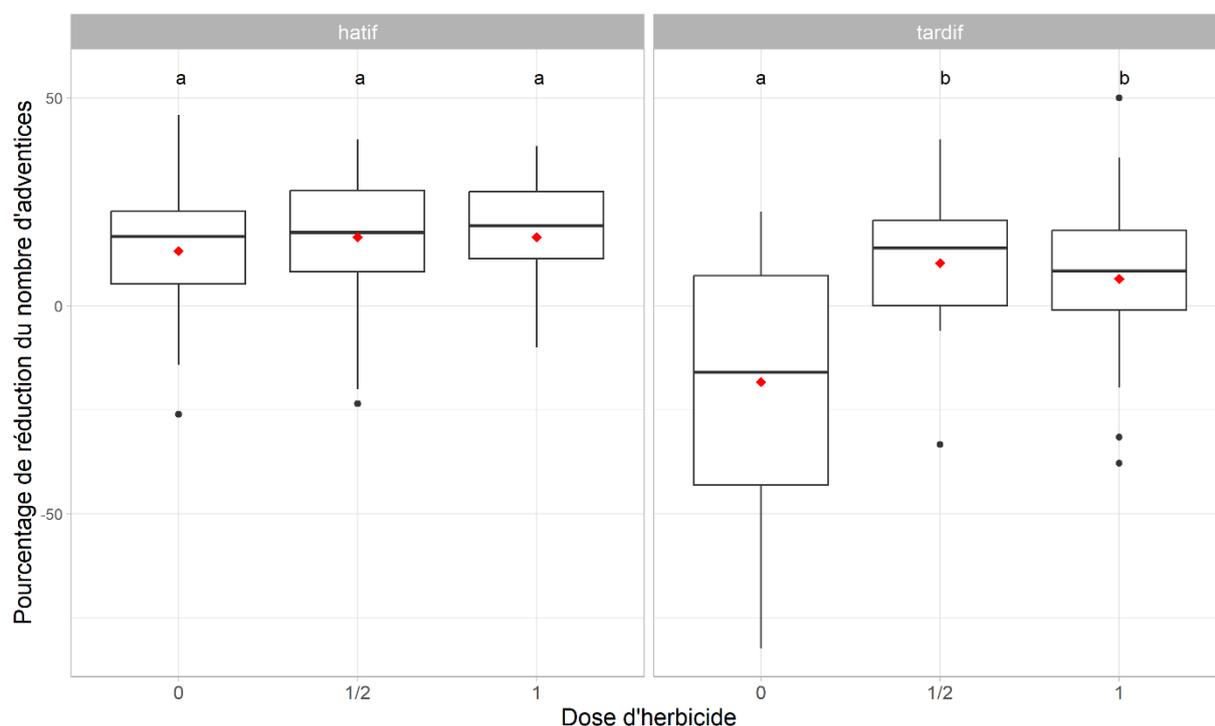
*Les modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.*

### 19.3.4 Efficacité du désherbage de printemps

Au printemps, un désherbage chimique a eu lieu entre le pas de temps T0-T1. Le désherbage mécanique a été opéré entre le pas de temps T2-T1. Le premier pas de temps sera donc utilisé pour analyser l'effet du désherbage chimique et le pas de temps T2-T1 à la fois pour le désherbage mécanique et chimique.

#### 19.3.4.1 Efficacité du désherbage chimique en T0-T1

Un effet croisé du pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre le désherbage chimique et la date de semis du froment a été observé. Aucune différence entre les modalités en semis hâtif n'a été observée tandis qu'en semis tardif la modalité sans herbicide montre un pourcentage de réduction négatif révélant une germination d'adventices (12%) durant cette période (figure 368). Cette germination s'observe uniquement pour les dicotylées car aucun effet significatif n'a été noté sur la population de graminées.



Les losanges rouges représentent les moyennes. Les modalités ayant des lettres identiques à de la même date de semis ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

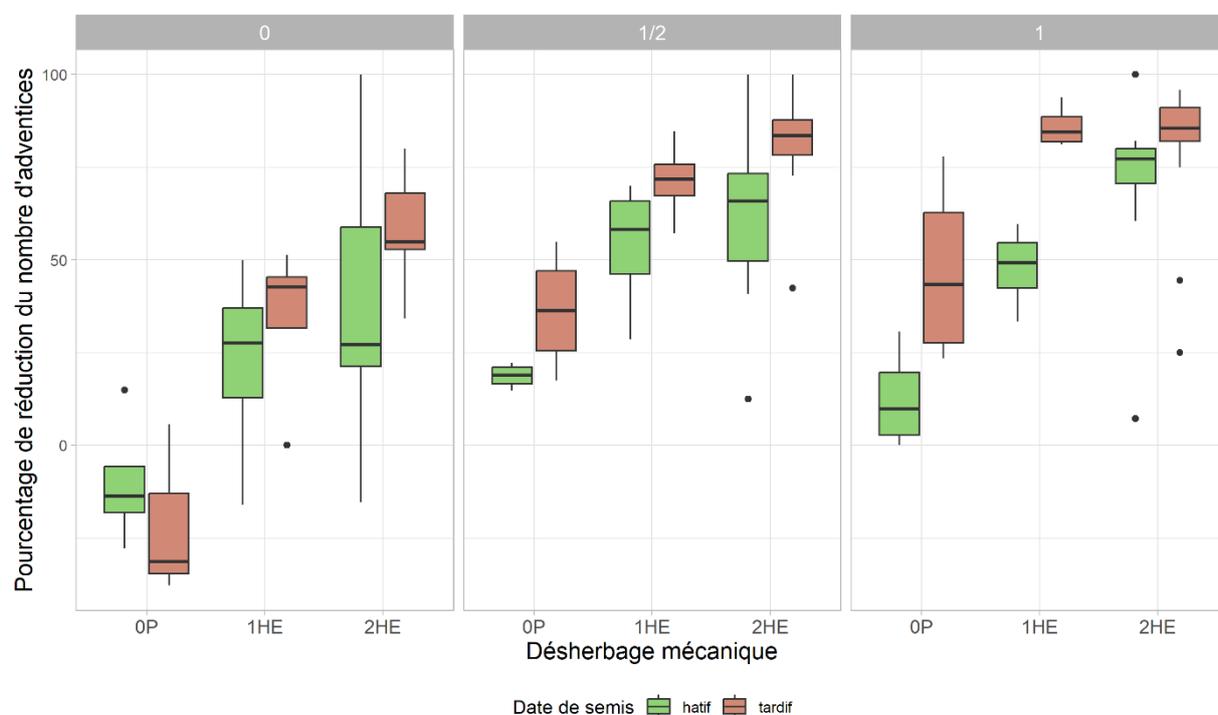
**Figure 368.** Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T1 en fonction des modalités de désherbage chimique en semis hâtif et tardif.

#### 19.3.4.2 Effet du désherbage en T1-T2

Un effet additif des facteurs date de semis, herbicide, désherbage mécanique a été observé aussi bien sur la population de graminées que de dicotylées. Sans aucun traitement, une levée d'adventices est observée entre le pas de temps T1-T2 (figure 369). Comme illustré sur cette figure, le désherbage mécanique et chimique est amélioré par le décalage de la date de semis. Cette année, une augmentation de l'efficacité du désherbage chimique est observée quand il est couplé au désherbage mécanique. Les modalités de désherbages chimiques ont des moyennes significativement identiques en demi et pleine dose que ce soit sur la population de graminées et de dicotylées. La dose pleine a permis de réduire en moyenne (autre facteur moyenné) de 58% la population de dicotylées et de 62% la population de graminées (tableau 55).

Le décalage de la date de semis a engendré une meilleure efficacité du désherbage en permettant, de plus, de doubler l'efficacité du désherbage sur les graminées tandis qu'en dicotylées, cela a permis d'améliorer le désherbage d'un peu plus de 25%.

Aucune différence significative entre un et deux passages de herse n'a été observée sur la population de dicotylées (respectivement 56% et 65%). Par contre, la réduction du nombre de graminées est intermédiaire pour un passage (38%) et la plus forte pour deux passages (53%) (tableau 55).



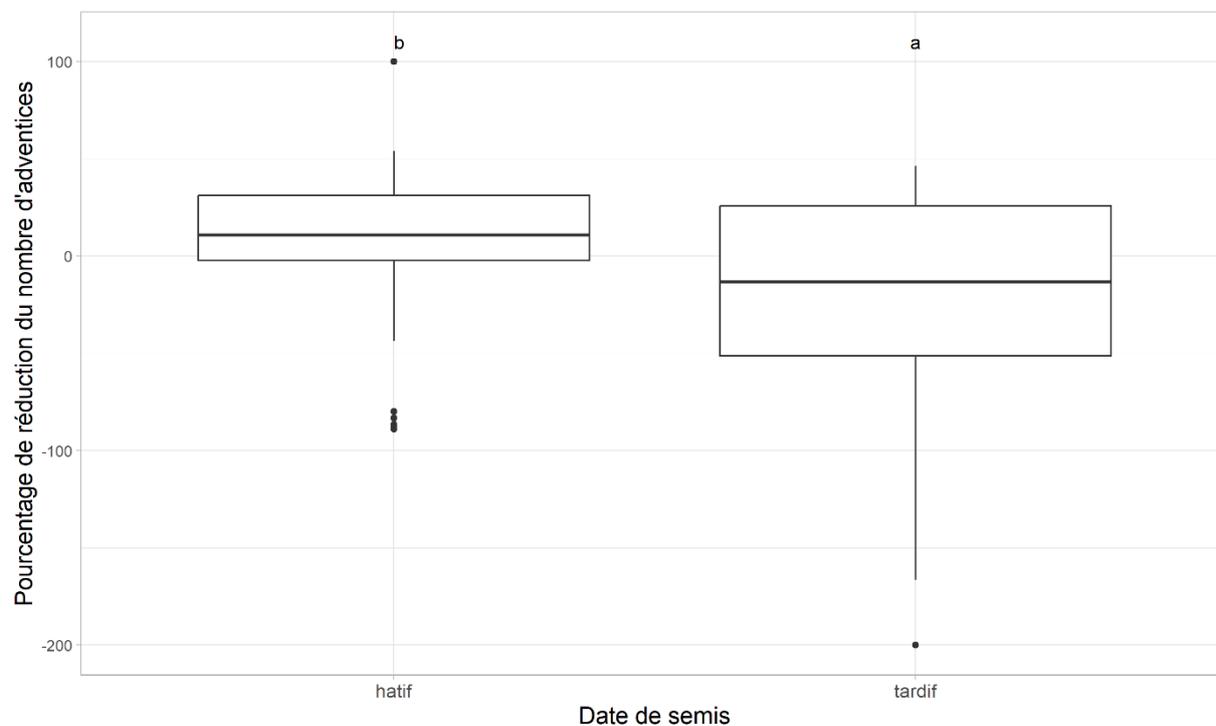
**Figure 369. Pourcentage de réduction du nombre d'adventives entre T1 et T2 en fonction de la dose d'herbicide, des modalités de désherbage mécanique et de la date de semis du froment.**

**Tableau 55. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices en fonction de la dose d'herbicide ou de la date de semis ou du désherbage mécanique sur la population de graminées et de dicotylées (moyenne et erreur standard en pourcentage)**

	Pourcentage de réduction du nombre d'adventices (%)			
	Dicotylée		Graminée	
<b>Herbicide</b>				
0D	20.32	6.43 a	9.60	10.70 a
1/2D	55.05	6.36 b	39.34	9.95 b
1D	58.31	6.35 b	62.15	10.61 b
<b>Date de semis</b>				
hatif	37.87	6.01 a	20.31	8.72 a
tardif	51.25	6.04 b	53.75	9.78 b
<b>Désherbage mécanique</b>				
0P	12.76	6.71 a	19.70	11.26 a
1HE	55.50	6.64 b	38.32	11.59 ab
2HE	65.42	5.75 b	53.06	8.10 b

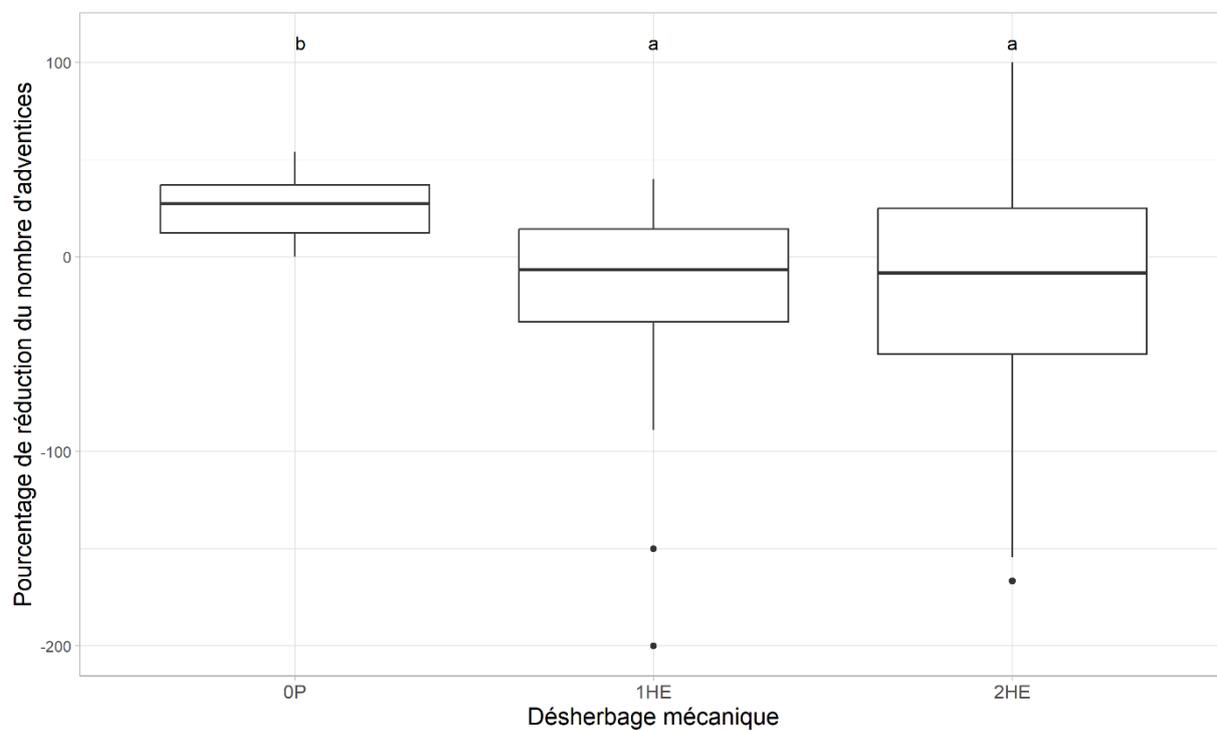
### 19.3.4.3 Effet post désherbage T2-T3

Entre T2 et T3, aucune opération de désherbage n'a été réalisée. Toutefois, les facteurs *date de semis* et *désherbage mécanique* étaient respectivement très hautement significatif et hautement significatif. Comme illustré à la figure 370, un semis tardif a engendré de nouvelles levées d'adventices (environ 30% de levée) tandis qu'en semis hâtif, le nombre d'adventices a eu tendance à légèrement diminuer (environ 30% de mortalité). Le passage de la herse étrille a, par le mouvement de terre occasionné, entraîné de nouvelles germinations. Tandis que sans désherbage mécanique, des mortalités d'adventices ont été observées (Figure 371).



Les modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 370. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices de type dicotylées entre T2 et T3 en fonction de la date de semis du froment.**



Les modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 371. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices de type dicotylée entre T2 et T3 en fonction des modalités de désherbage mécanique.**

### 19.3.4.4 Effet global

Si l'on observe l'effet global sur le pas de temps T0-T2, celui-ci est proche de l'efficacité T1-T2 puisque cette année, l'ensemble des opérations de désherbage mécanique a été réalisé dans ce laps de temps. De plus comme démontré plus haut dans ce rapport, le désherbage chimique est devenu efficace dans le laps de temps T1-T2. Les effets observés sont donc les mêmes qu'en T1-T2. Toutefois, ce pas de temps plus large a confirmé la tendance de nouvelles germinations en semis tardif sans aucune opération de désherbage. Par contre, à contrario le désherbage mécanique couplé au chimique en semis tardif est plus efficace qu'en semis hâtif (figure 372)

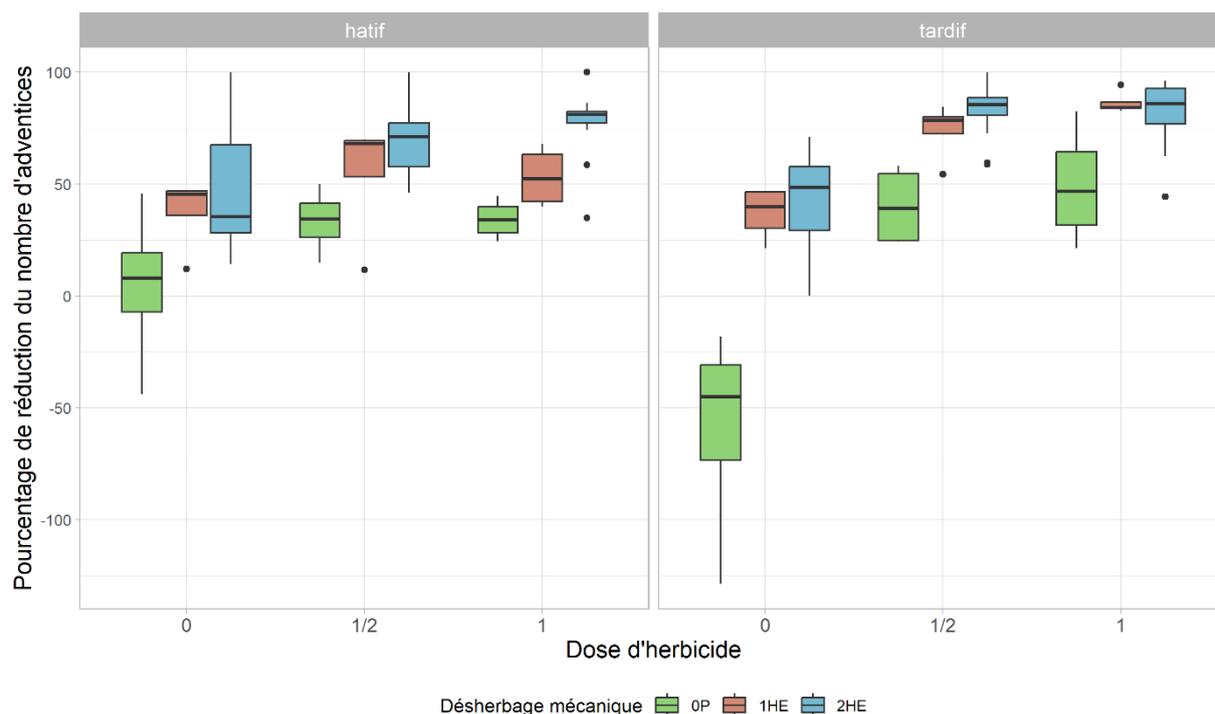
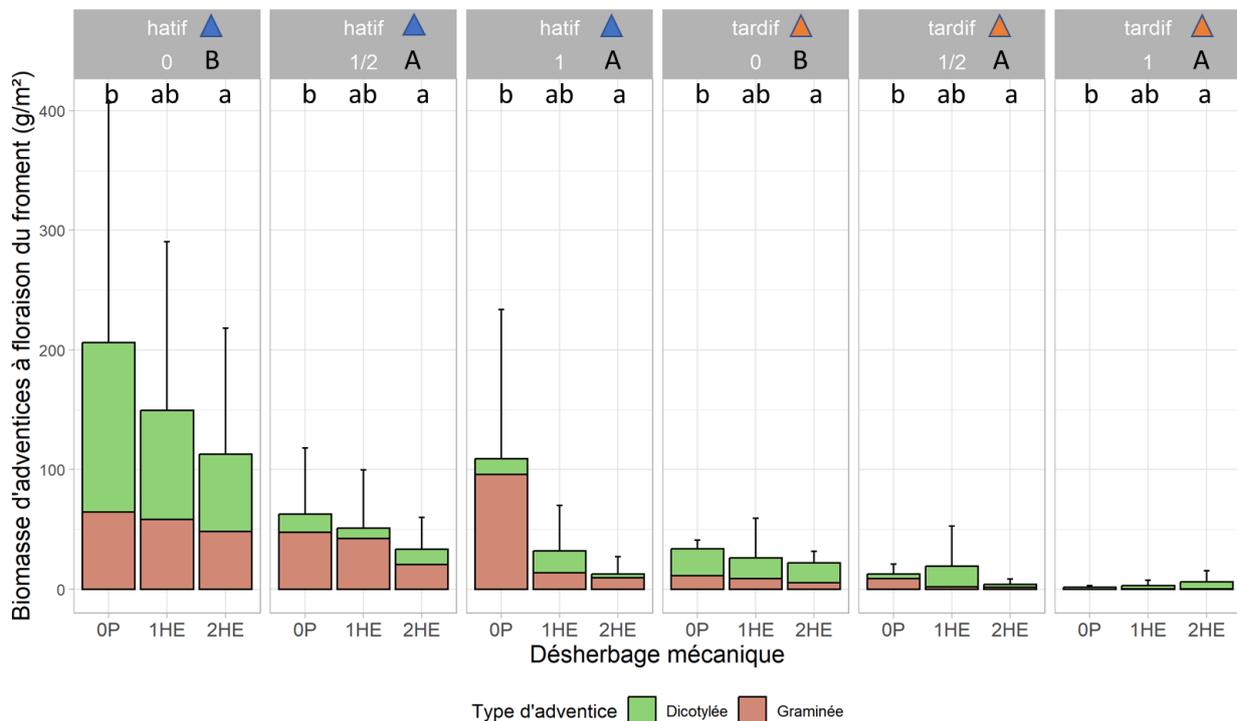


Figure 372. Pourcentage de réduction du nombre d'adventices entre T0 et T2 en fonction de la date de semis du froment, des doses d'herbicide et des modalités de désherbages mécaniques.

### 19.3.5 Effet sur la biomasse d'adventice

Tout comme pour la réduction du nombre d'adventices, un effet additif des trois facteurs a été observé. L'ensemble des modalités est repris dans la figure 373. La date de semis a en moyenne permis de passer d'une biomasse de 35.40g/m<sup>2</sup> en semis hâtif du froment à 6.25 g/m<sup>2</sup> en semis tardif du froment (moyenne autour des autres facteurs).

Le désherbage chimique a permis de passer de 42.55g/m<sup>2</sup> sans désherbage chimique à 11.78g/m<sup>2</sup> et 6.73g/m<sup>2</sup> pour respectivement une demi et une pleine dose (moyenne significativement identique). Le désherbage mécanique a une biomasse plus élevée sans désherbage, intermédiaire avec un passage et le plus faible avec deux passages avec respectivement une moyenne de 24.66, 14.62 et 9.73g/m<sup>2</sup>.



Les combinaisons de modalités ayant des lettres minuscules identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey. Les combinaisons de modalités ayant des lettres majuscules identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey. Les combinaisons de modalités ayant des triangles de couleurs identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 373. Biomasse d'adventices à floraison du froment en fonction de la date de semis du froment, de la dose d'herbicide et des modalités de désherbage mécaniques.**

### 19.3.6 Effet sur le rendement

Comme illustré à la figure 374, on peut observer que la relation du rendement en fonction de la biomasse d'adventices est différente selon la date de semis. En effet, aucune régression n'est présente en semis tardif tandis qu'une régression négative est observée en semis hâtif du froment ( $R^2=0.54$ ). Une gestion plus forte de la flore adventices doit donc être de mise lorsque le semis est hâtif.

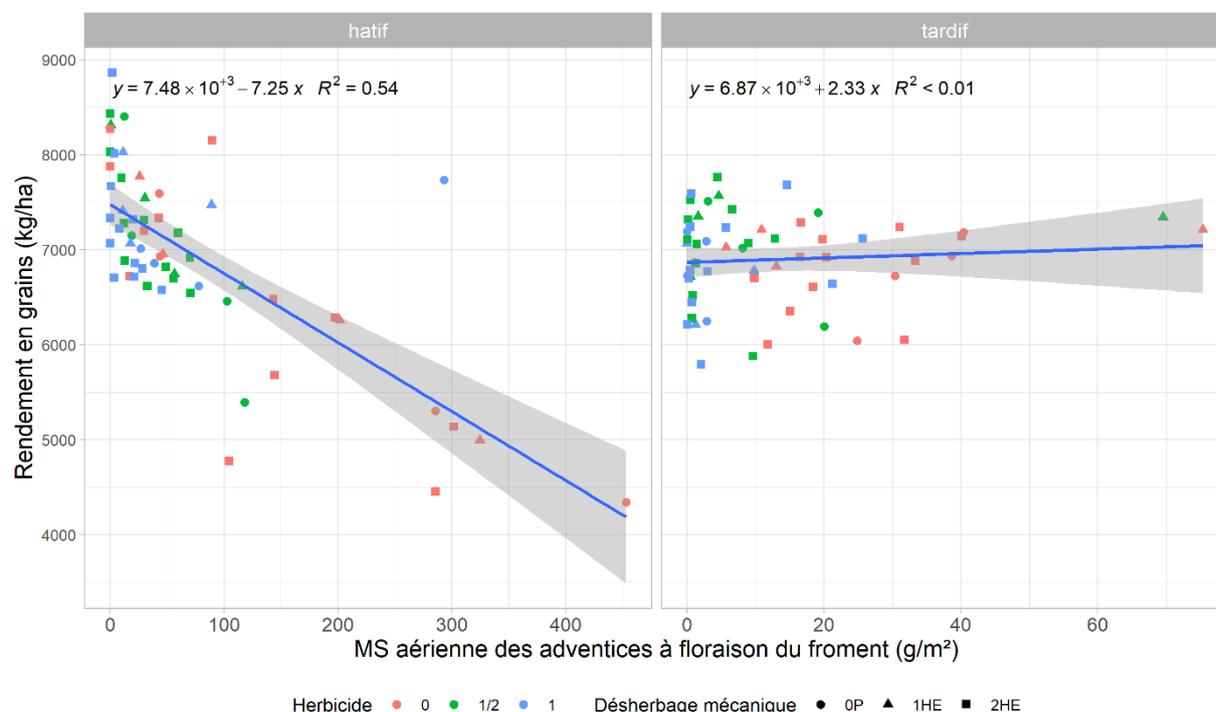
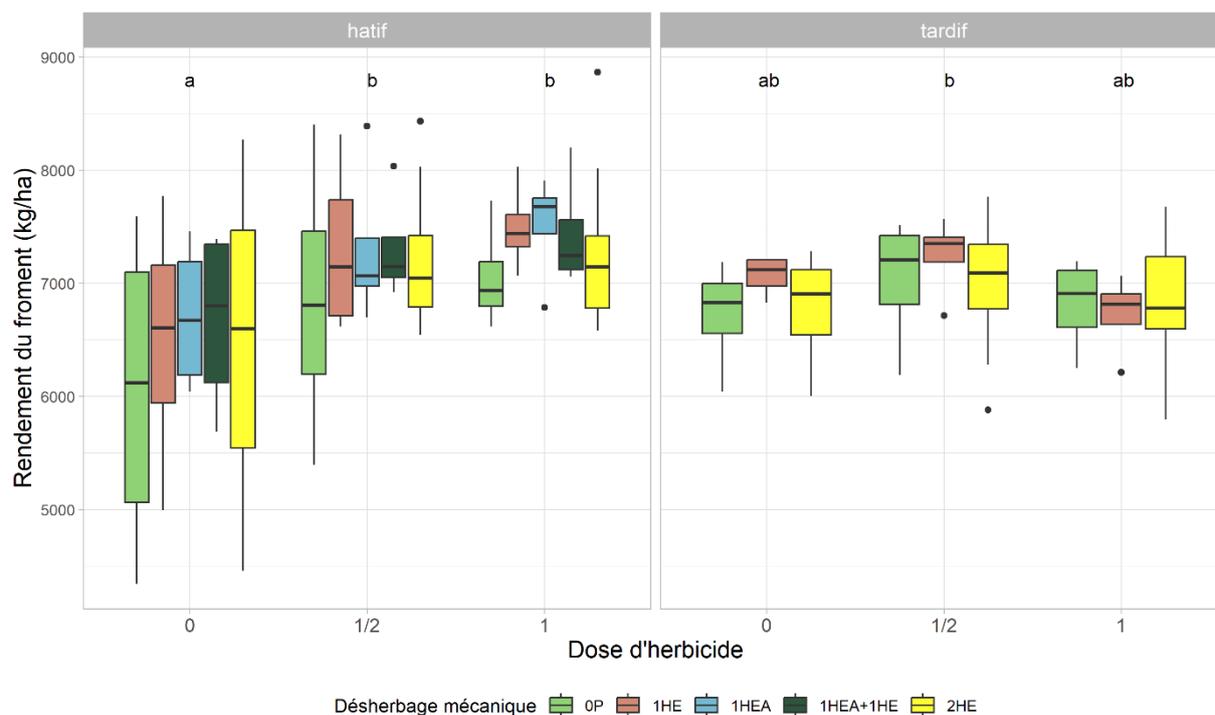


Figure 374. Rendement en grain à 15% d'humidité selon la biomasse en MS d'adventice à floraison du froment selon la date de semis du froment.

Si l'on regarde un peu plus en détail les résultats de la récolte 2023 (figure 375), il y a un effet croisé du désherbage chimique et de la date de semis. Le désherbage mécanique ne permet pas d'améliorer le rendement. Le rendement est le plus faible sans herbicide au semis hâtif tandis qu'il est intermédiaire en semi-tardif du froment sans herbicide ainsi qu'à pleine dose, et enfin le plus élevé en semis hâtif avec une demi et une pleine dose d'herbicide ainsi qu'en semi-tardif en demi-dose d'herbicide.



Les combinaisons de modalités ayant des lettres identiques ont des moyennes statistiquement équivalentes au seuil de probabilité de 5% selon le test de Tukey.

**Figure 375. Rendement du froment en fonction de la date de semis du froment, de la dose d'herbicide et des modalités de désherbage mécanique.**

## 19.4 Discussion

Grâce à l'ajout du facteur *date de semis du froment*, l'année 2023 vient enrichir les connaissances des années précédentes du projet Sol-Phy-Ly.

Cette année se distingue par une météo compliquée au printemps. Cette météo froide et pluvieuse était peu propice au désherbage mécanique qui a dû être effectué fort tardivement et sans la houe rotative. Le début de printemps fort froid et venteux n'a pas été favorable non plus au désherbage chimique.

Cette année 2023 est aussi caractérisée par la présence de vulpin (présent une seule année depuis le début de l'expérimentation), ce qui nous permet d'apporter des réponses quant à l'utilisation de la herse pour gérer les graminées. La flore adventice présentait un très grand gradient dans la terre, gradient bien cerné par le facteur bloc. Il a donc été possible de tirer des conclusions fiables.

Tout d'abord, le passage de la herse étrille à l'automne est difficilement possible en Belgique : à cause de sa météo humide et de la durée du jour fort courte, peu de fenêtres existent pour parvenir à le réaliser. Toutefois en cas de semis hâtif, il y a plus de chance de trouver une fenêtre adéquate. Son passage semble utile uniquement si une pression en vulpin est présente. En effet, en sortie d'hiver, le passage de la herse à l'automne a permis de diminuer de plus de moitié la pression en vulpins. Par contre, la pression en dicotylées en sortie d'hiver est restée inchangée tout comme l'année 2021-2022 (herse en prélevée). Ce résultat ne signifie pas forcément que le passage n'a pas eu d'effet sur les dicotylées mais que la mortalité éventuelle a été compensée par de nouvelles levées durant l'automne.

En sol profond comme en Hesbaye, le décalage de la date de semis semble plus approprié. En effet, celui-ci offre plusieurs avantages :

- une pression initiale plus faible en graminées et dicotylées (de l'ordre de 40% pour les graminées et 20% pour les dicotylées) ;
- une augmentation de l'efficacité du désherbage mécanique et du désherbage chimique. Cette amélioration s'explique par un développement des adventices plus faible lors de l'intervention du désherbage. Celles-ci sont donc plus vulnérables et plus sensibles aussi bien au désherbage mécanique que chimique ;
- une diminution drastique de la biomasse d'adventices (plus de 4x moins pour les modalités sans désherbage). Les adventices semblent avoir en relatif moins bien poussé que le froment durant l'hiver. Cette différence de croissance a permis d'avoir un froment plus concurrentiel qu'en semis précoce et donc de limiter le développement de biomasse ;
- un rendement non corrélé à la pression en adventices par une pression initiale plus faible et un froment plus compétitif que les adventices ;
- un rendement significativement identique à un semis hâtif.

Par contre, sans aucune opération de désherbage, un semis tardif entraîne des levées d'adventices pendant tout le printemps. Ces levées s'expliquent par une couverture du sol plus faible au printemps qu'un semis hâtif. La lumière peut donc atteindre le sol et engendrer de nouvelles levées. Toutefois, ces levées printanières n'ont pas d'impact sur le rendement du froment comme ceci a été démontré grâce aux années antérieures du projet Sol-Phy-Ly (voir article de vulgarisation Livre Blanc).

Malgré une application tardive de la herse étrille au printemps, celle-ci a su avoir une efficacité de l'ordre de 50% grâce à un réglage très agressif de l'outil. De plus, il n'y avait pas une grosse croute de battance cette année. La herse a donc travaillé convenablement sur toute la surface du sol sans être coincée dans des chemins préférentiels. Une application plus précoce reste à conseiller si la météo le permet puisque la herse est plus efficace sur des adventices au stade jeune. On peut supposer que l'efficacité du désherbage en semis tardif aurait été beaucoup plus efficace si le passage de herse avait pu avoir lieu durant le mois de mars sur des adventices beaucoup moins bien implantées.

La herse étrille a aussi permis de diminuer la pression en graminées. Toutefois, gérer les graminées uniquement par la herse étrille semble compliqué à cause d'une morphologie fort proche du froment et donc une difficulté d'avoir une bonne sélectivité de l'outil. Par contre, la combinaison de deux leviers différents (dates de semis et désherbage mécanique) semble être une bonne solution pour diminuer l'utilisation de produits phytopharmaceutiques. Comme démontré les autres années, deux passages de herse (ici réalisé le même jour) ne sont pas utiles pour lutter contre la flore dicotylées. Par contre, en cas de présence de graminées, un deuxième passage semble légèrement améliorer l'efficacité du désherbage.

Le désherbage chimique a été moins bon que les années précédentes. Ce manque d'efficacité s'explique par la météo froide et peu propice à une bonne efficacité de l'herbicide. Celui-ci a souvent permis de stopper la croissance de l'adventice, mais n'a pas forcément permis de la tuer. Cela explique pourquoi cette année, l'application de la herse a eu un effet positif supplémentaire et a permis d'achever les adventices déjà atteintes par l'herbicide. Lors d'un printemps froid comme celui du printemps 2023, combiner une demi-dose d'herbicide avec un unique passage de herse étrille semble une bonne solution pour diminuer l'utilisation des herbicides.

## 19.5 Conclusion

Malgré la météo du printemps peu propice au désherbage, l'année 2023 a permis de tirer de nouveaux enseignements importants concernant la gestion de la flore adventice.

Cette année a mis en évidence l'importance d'une gestion IPM (integrated pest management). En effet si l'on veut réussir à diminuer l'utilisation de produits phytopharmaceutiques, il est important de combiner un ensemble de leviers.

Le premier objectif est d'arriver à diminuer la pression initiale en adventices. Pour ce faire, les leviers tels que la rotation de culture, le labour ou encore, comme redémontré dans ce rapport, le décalage de la date de semis sont efficaces. De plus, la combinaison du levier *date de semis* et *désherbage mécanique* a montré un effet synergique, puisque le décalage de la date de semis, en plus de diminuer la pression initiale, a amélioré l'efficacité du désherbage mécanique et chimique. Si un semis tardif est réalisé, une absence d'application d'herbicide peut être envisagée sans aucun impact sur le rendement. Suite à ces résultats et dans un but de diminution d'usage des produits phytopharmaceutiques, le conseil pour une gestion de la flore adventice est de réaliser un semis tardif en froment suivi au printemps d'un passage unique de herse étrille. Si toutefois la pression en adventices est forte en sortie d'hiver, le coupler à une demi-dose d'herbicide est une technique prometteuse. Par contre, si un semis hâtif du froment a été réalisé et que la pression en adventices est forte, il semble difficile de se passer du désherbage chimique sans conséquence directe sur le rendement.

## 20 Annexe 9 : Suivi de la flore d'adventices de Sol Résidus

### 20.1 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est présenté au paragraphe 1.2 (page 14).

### 20.2 Observations

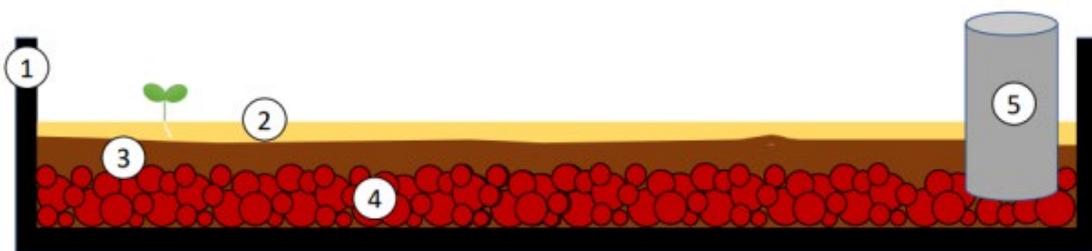
Afin de déterminer l'effet du travail du sol (labour *versus* travail superficiel) et de la gestion des résidus de cultures sur la flore d'adventices, un suivi a été réalisé cette année 2022 sur l'expérimentation Sol-Résidus.

Pour répondre à cet objectif, les actions suivantes ont été entreprises.

1. Un stock semencier (méthode d'émergence) a été réalisé. L'échantillonnage a eu lieu le 17 janvier 2022 en prélevant pour chaque parcelle cinq points d'échantillonnage. À ces cinq points, quatre carottes d'échantillonnage de sol ont été réalisées et rassemblées dans un même échantillon composite. Les prélèvements ont été réalisés à l'aide d'une tarière de 2 cm de diamètre et 25cm de long. Toutefois, pour pouvoir comparer la position des graines dans le sol selon les modalités en labour ou non, le carottage a été séparé en deux avec le premier réalisé sur la profondeur 0-10cm et le second 10-25cm.

Un total de 160 prélèvements a donc été réalisé (16 parcelles x 5 points par parcelles x 2 profondeurs).

2. Ces échantillons ont été mis en chambre froide pour une durée de 15 jours afin de répondre au besoin en froid de certaines espèces d'adventices pour germer.
3. Les échantillons ont ensuite été étalés dans un bac (figure 376). Ces bacs ont ensuite été disposés dans un laboratoire et maintenu humides. Un comptage et une identification de chaque adventice levée sont réalisés une fois que l'adventice a atteint une taille permettant une identification précise et celle-ci est ensuite enlevée.
4. Au cours du suivi, un stress hydrique a été réalisé entre le 08/04/2022 et le 22/04/2022 afin de stimuler les germinations une fois l'arrosage réinstallé.



(1) bac non perforé, (2) échantillon de terre tamisé, (3) couche de terreau, (4) couche de billes d'argex, (5) tube en PVC.

**Figure 376. Schéma de bac de germination.**

Un suivi de la flore adventice en champ a aussi été réalisé pour déterminer la flore exprimée. Pour ce faire, 5 quadrats de 50 cm x 50 cm par parcelle ont été disposés dans un rayon de 3 m du lieu de prélèvement du stock semencier.

Dans ces quadrats, un comptage a été réalisé avant le premier passage de désherbage en sortie d'hiver et un à la floraison de la culture du froment. De plus, à la floraison de la culture du froment, une biomasse des adventices et du froment a été réalisée.

Afin de caractériser la flore, des indices de biodiversité ont été calculés et une analyse en coordonnées principales a été réalisée sur l'ensemble des facteurs.

## 20.3 Résultats

### 20.3.1 Flore potentielle

L'analyse du stock semencier (qui est toujours en cours de prises de mesures) a montré une abondance plus élevée sans opération de labour (*No\_Til*) plutôt qu'avec (*Til*) (figure 377) ; surtout sur l'horizon 0-10cm et dans une moindre mesure dans l'horizon 10-25cm.

La flore est principalement composée de matricaire camomille (MATCH), de vulpin (ALOMY) et de renouée des oiseaux (POLAV).

Il est à souligner que ces résultats sont provisoires puisque l'expérience est toujours en cours et que donc une partie des semences n'a pas encore germé, ce qui pourrait modifier les résultats.

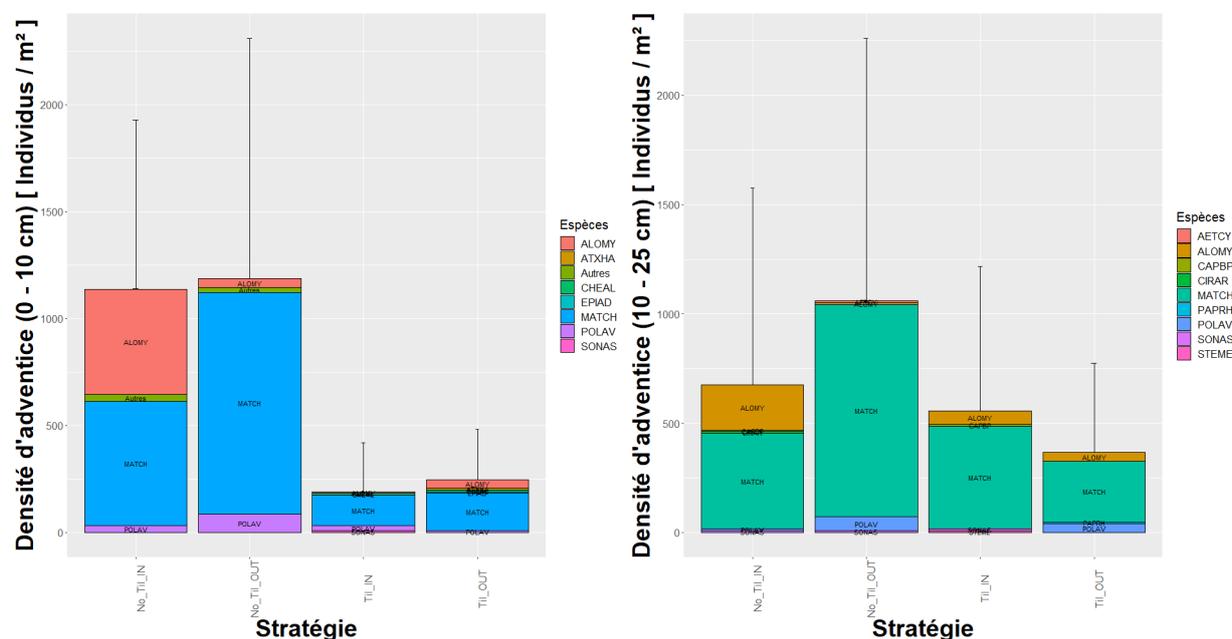


Figure 377. Proportions d'adventices par stratégie de culture pour l'horizon de surface (gauche) et l'horizon en profondeur.

### 20.3.2 Flore exprimée

La flore exprimée en froment a une composition d'adventices très proche du stock semencier. La flore est peu diversifiée et dominée par deux espèces, la matricaire et le vulpin (figure 378). Seul le facteur travail du sol influence la pression en adventices avec une pression en moyenne quatre fois plus élevée sans labour (figure 379). L'abondance d'adventices est très élevée (surtout en non labour) ce qui engendre potentiellement une pression élevée sur le développement du froment.

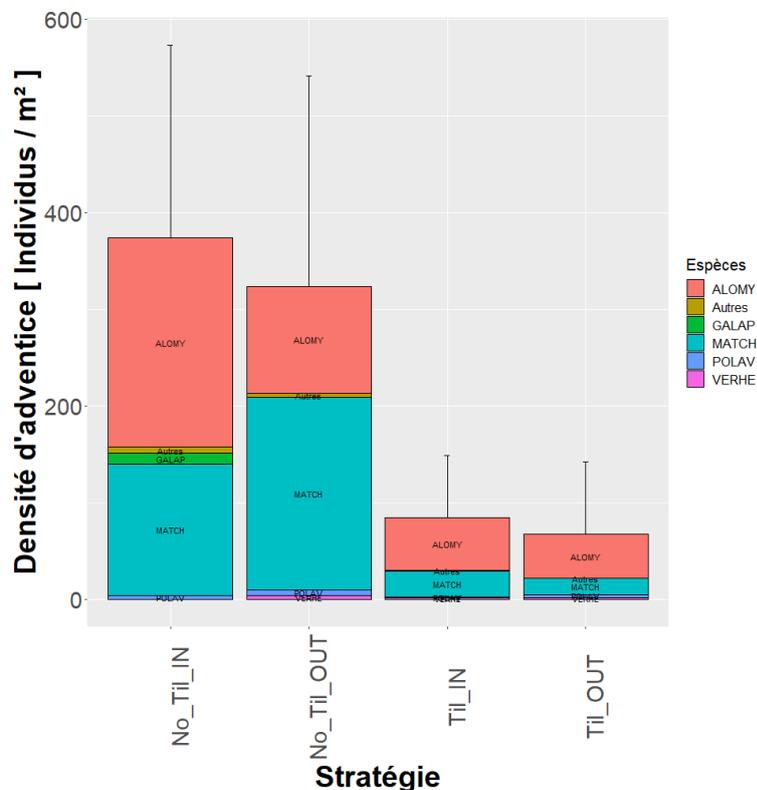


Figure 378. Proportions en adventices en fonction des stratégies de culture (1<sup>er</sup> comptage).

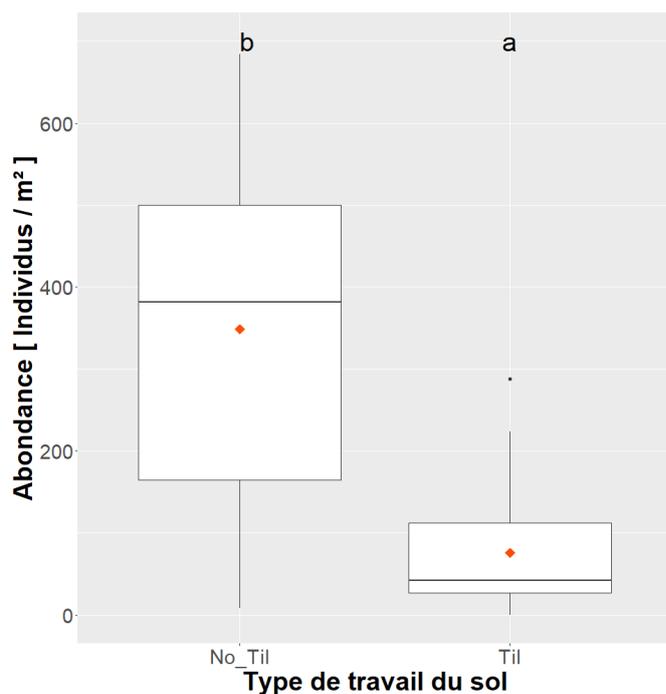


Figure 379. Influence du type de travail du sol sur l'abondance en adventices en sortie d'hiver.

Toutefois, la répartition n'est pas homogène au sein du champ comme représenté sur la figure 380 avec une infestation plus élevée dans les parcelles du bas que du haut. Il se pourrait aussi qu'il y ait un peu de salissement des parcelles en labour par celles en non labour.

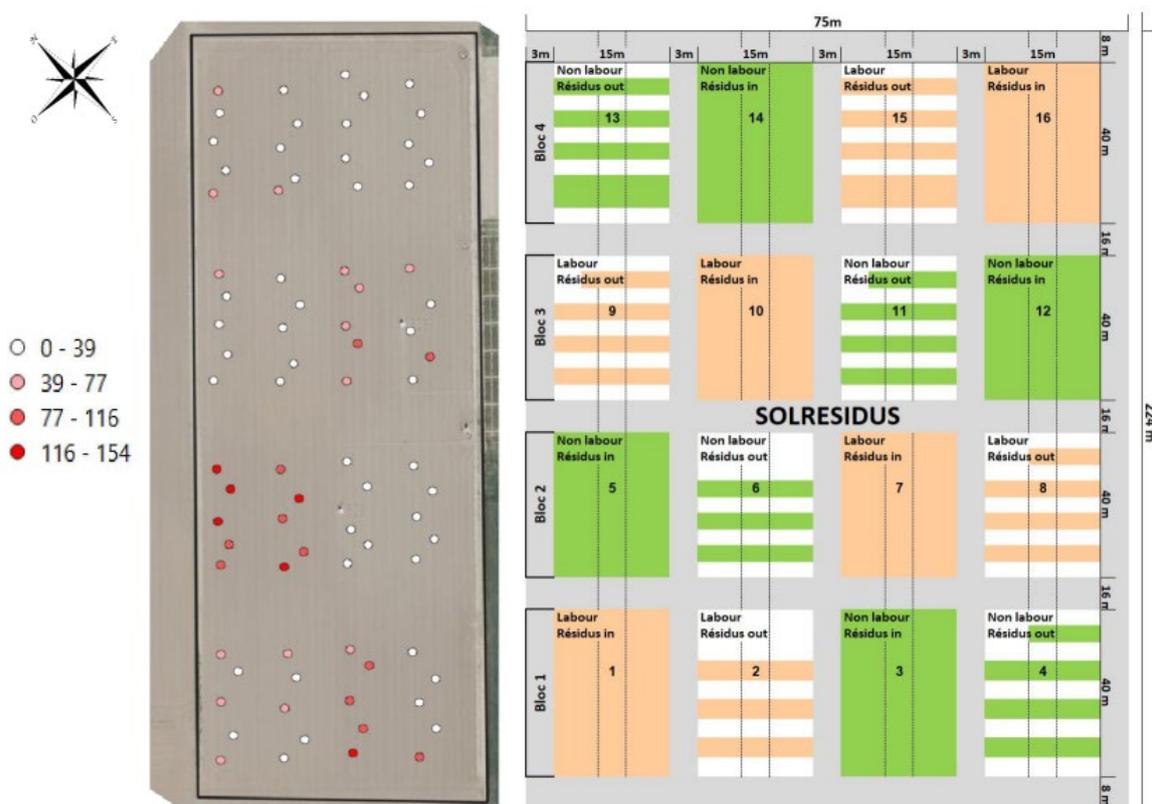


Figure 380. Représentation cartographique de la densité totale d'adventices recensées lors du deuxième comptage.

Sans grande surprise, la biomasse d'adventice à la floraison du froment est aussi impactée par le travail du sol : une biomasse d'adventice plus élevée pour les parcelles en non labour (figure 381). La biomasse du froment, quant à elle, a une relation inverse avec une diminution de la biomasse en condition de non labour. Celle-ci pourrait s'expliquer par la forte présence d'adventices mais aussi par le simple fait du non labour qui influence directement le bon développement du froment.

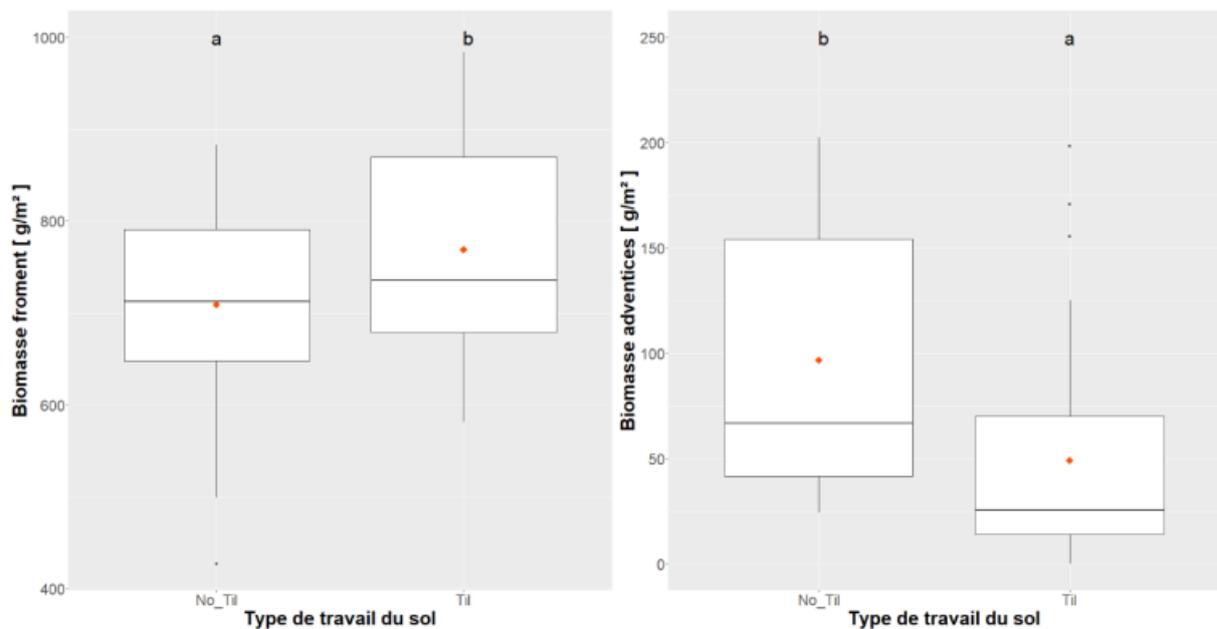


Figure 381. Biomasse du froment et des adventices en fonction du type de travail du sol (floraison du froment).

Outre l'aspect quantitatif, le nombre d'espèce d'adventices (la richesse) présentes en moyenne sur un quadrat est influencé par les deux facteurs expérimentés (travail du sol et gestion des résidus). En effet, lors du premier comptage, la richesse est influencée de manière très hautement significative par le travail du sol et de manière significative par la gestion des résidus. La richesse est à la fois légèrement améliorée par la restitution des résidus et par l'absence de labour (figure 382).

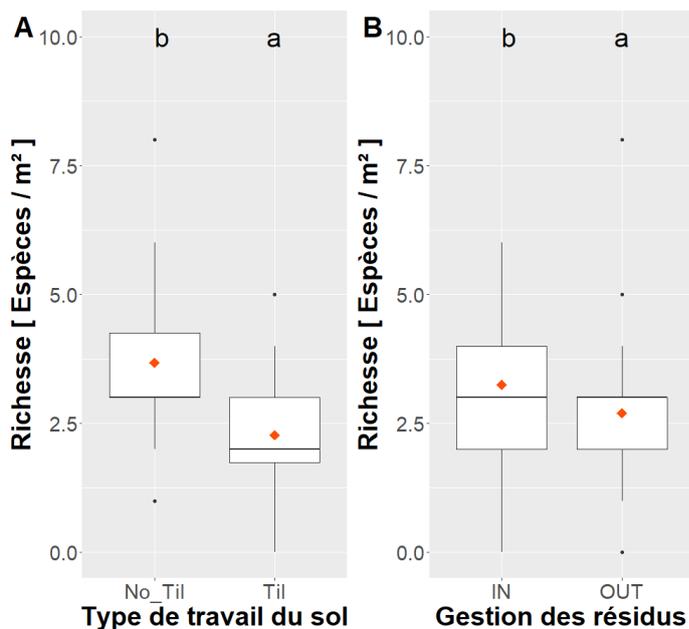
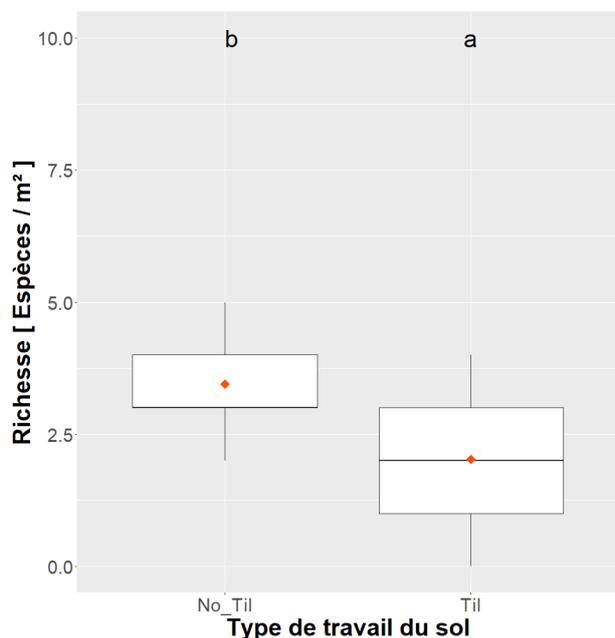


Figure 382. Influence du type de travail du sol (gauche) et de la gestion des résidus (droite) sur la richesse en espèces (1<sup>er</sup> comptage).

Par contre, lors du deuxième comptage (floraison du froment), la richesse n'est impactée que par le labour (figure 383). L'absence de l'effet des résidus à ce comptage pourrait être dû à l'application d'herbicides entre ces deux comptages.



**Figure 383. Influence du type de travail du sol sur la richesse en espèces (floraison du froment).**

La richesse en espèces est faible sur l'expérimentation. Ce peu de diversité floristique peut s'expliquer par l'application d'herbicides comme gestion des adventices et par une rotation historique fortement basée sur des cultures d'automne. En effet, l'herbicide étant un levier très puissant de gestion de la pression d'adventices ; seul un faible nombre d'adventices arrive à réaliser le cycle et à grainer.

De plus, une rotation riche en culture semée à l'automne a tendance à sélectionner une flore très spécifique mais aussi possiblement très agressive pour la culture. C'est pourquoi il n'est pas étonnant d'observer une pression élevée en vulpin et matricaire qui sont tous deux des adventices bien adaptées au cycle de la culture du froment.

## 20.4 Discussion

Grâce au suivi de la flore d'adventices de Sol-Résidus, on a pu observer un stock semencier qui est beaucoup plus élevé en non labour. Cette concentration est plus marquée dans le premier horizon du sol (0-10 cm) ; ce qui peut s'expliquer tout simplement par l'absence de travail en profondeur. Cette absence de travail du sol semble poser problème quant à une bonne gestion intégrée de la flore d'adventices. En effet, cette année (culture de froment), les adventices étaient très présentes en non labour avec une levée environ 4 fois plus élevée qu'en labour.

Cette forte pression de départ a été mal contrôlée par les herbicides comme l'illustre la figure 381. Cette mauvaise efficacité du désherbage chimique peut s'expliquer par le printemps très froid et venteux. L'herbicide de rattrapage (second traitement) n'a pas permis de contrôler cette flore (surtout les vulpins). C'est pourquoi des semences sont en cours d'analyse quant à une potentielle résistance aux herbicides anti-graminées du vulpin.

Le développement des adventices a potentiellement eu un impact sur le développement du froment même si, dans ce suivi, il n'est pas possible de discriminer la part de la biomasse du froment impactée directement par l'absence de labour de celle découlant du développement des adventices.

Concernant la richesse, celle-ci est légèrement plus grande en non labour mais reste très faible. Outre l'usage d'herbicides, celle-ci s'explique sans doute par un historique de culture peu diversifié, ce qui a tendance à sélectionner une flore spécifique.

Par contre, la gestion des résidus ne semble avoir que peu d'impact quant à la pression d'adventices et pourrait peut-être avoir une légère influence sur la richesse de celle-ci (observé que lors du premier comptage.)

Dans un contexte de gestion intégrée des cultures et de restriction des herbicides (spécifiques et systématiques), il semble que se passer du labour peut engendrer une pression en adventices élevée, et donc augmenter la fréquence de traitement à l'herbicide. De plus, cela augmente le risque d'apparition de résistance au sein des populations d'adventices.

## 21 Annexe 10 : Diffusion des enseignements de cette convention de recherche

---

Comme prévu dans le programme d'activités de cette convention de recherche, les enseignements ont fait l'objet de plusieurs diffusions.

### 21.1 Livre Blanc

Une communication écrite dans l'édition de février 2021 intitulée *Le suivi de la lixiviation dans le sol des produits de protection des plantes*.

<https://www.livre-blanc-cereales.be/wp-content/uploads/2021/03/9.-Perspectives.pdf>

Une communication écrite dans l'édition de février 2023 intitulée *Le désherbage mécanique est-il une option en culture de céréales conventionnelle ?*

<https://www.livre-blanc-cereales.be/wp-content/uploads/2023/03/2023-02-4.-Perspectives.pdf>

Une communication orale a été réalisée lors de la présentation de l'édition de février 2024, communication intitulée *Vers une complémentarité des désherbages mécanique et chimique*.

<https://livre-blanc-cereales.be/2024-02-livre/>

### 21.2 Phloème

Un poster intitulé « Contrôle des adventices en céréales tout en réduisant l'utilisation de produits phytopharmaceutiques : potentiel et limites » a été présenté lors du congrès Phloème organisé par Arvalis à Paris. Un article a été publié dans le livre du congrès.

#### **Résumé de la communication**

La volonté de l'union européenne de réduire l'utilisation de produits phytopharmaceutiques dont les herbicides conduit à repenser les stratégies de gestion de la flore adventice en culture. Parmi les leviers possibles avec le développement technique de nouveaux outils, le désherbage mécanique refait surface, permettant notamment d'être utilisés en culture céréalière. Dans ce contexte, une expérimentation testant différentes stratégies de désherbage sur la culture de blé tendre (*Triticum aestivum* L.) a été implanté durant 3 années consécutives. Différents outils de désherbage mécanique (herse étrille et houe rotative) ont été couplés à du désherbage chimique (antidicotylédones et anti-graminée à zéro ou pleine dose). Le désherbage mécanique n'a pas permis de réduire de manière significative les populations de monocotylédones. Sur une flore de type dicotylédone, la modalité de désherbage mécanique couplant un passage de houe rotative à deux passages de herse étrille semble engendrer le meilleur pourcentage de réduction du nombre d'adventices (-30 % comparé au témoin sans passage (+12%)). Toutefois elle n'atteint pas l'efficacité du désherbage chimique, réduisant de 55 à 85% la population d'adventices. D'autres combinaisons de désherbages chimiques et mécaniques seront testées à l'avenir. L'objectif étant d'améliorer l'efficacité des leviers mécaniques afin de chercher à pouvoir se passer, à termes, des herbicides de type antidicotylédones.

<https://orbi.uliege.be/bitstream/2268/302164/1/Contr%C3%B4le%20des%20adventices%20en%20c%C3%A9r%C3%A9ales%20tout%20en%20r%C3%A9duisant%20l%27utilisation%20de%20produits%20phyt%C3%a9pharmaceutiques.pdf>

## 21.3 Journées PROTECT'eau

Deux séances d'information sur l'essais de désherbage mécanique envers le personnel de PROTECT'eau ont été organisées en 2021 et 2023. Des visites ont eu lieu pour sensibiliser à la réduction d'herbicides. De plus, un atelier de reconnaissance d'adventices a été réalisé afin d'enrichir les connaissances des conseillers de PROTECT'eau.



## 21.4 Congrès d'Athènes

Une communication orale intitulée “Combining chemical and mechanical weeding in wheat” a été présentée lors du 19ème European Weed Research Society Symposium à Athènes.

### **Résumé de la communication**

The European Union wishes to reduce by 50% the use of phytopharmaceutical products by 2030, including herbicides. It implies therefore to adapt weed management strategies in cultivated crops. Among the possible levers, with the technical and technological development, mechanical weeding is again becoming very popular. In particular, different tools can be used in cereal crops, including harrow or rotary hoe. In this context, an experiment aiming to assess different weed control strategies on soft wheat crop was implemented over three consecutive years (2018-2021).

The objective was to evaluate to which extent it is possible to reduce herbicide quantities when mechanical control is applied. The experiment was built on a split-plot design with three factors: (i) mechanical weeding, (ii) herbicides and (iii) rate of herbicides. Mechanical weeding consisted of 0,1,2 and 3 passes of harrow applied during the tillering phase (at regrowth after winter period), at stem extension (Z30) and first node (Z31). In addition, a pass of rotary hoe at the tillering stage and a pass of rotary hoe at the tillering stage coupled with two passes of harrow (the following day of rotary hoe and at stem extension (Z30)) were applied. Regarding the use of chemical herbicides, grass- and dicot-weeds control agents were separately applied and also different rates of herbicides were applied (zero, half and full dose). Quadrats of 0.5 × 0.5 m were marked out to record the number of weeds and to identify them down to the species level before and after every weeding event. Additionally, in 2021, weeds and crop biomass were measured at the flowering stage of wheat.

Results showed that mechanical weed control did not significantly reduce grass weed populations. On a dicot type flora, the mechanical weed control treatment combining one pass of rotary hoe with two passes of harrow seemed to result in the highest weed reduction

among mechanical treatments ( $-48\pm 19\%$  compared to the control without regulation which exhibited an increase of  $+12\pm 16\%$  between the first and last measurement in 2020-2021). However, mechanical weeding did not reach out the efficacy of chemical weed control, which appeared to reduce weed numbers by 55-85%. In order to avoid the use of broadleaf weed herbicides in the long term, improved efficacy of mechanical levers is required. Other combinations of chemical and mechanical weed control will be also tested in the future.

## 21.5 Article under-review Weed Research

### **Abstract**

Mechanical weeding is a promising way to deal with EU objectives to reduce by 50% the pesticides use, hence herbicides. In particular, harrowing is one of the possibilities existing to reduce herbicide use in cereals, such as winter wheat. Six years of data collected in temperate area (Belgium) were analyzed. The dynamic of weeds density was measured between the end of winter and wheat flowering. Weed control (WC) were derived to further investigate the potential of combining herbicides and weed harrowing performed at different growing stages. Furthermore, we proposed to separate weeds in three categories: “old weeds” - i.e. weeds whose development is synchronous with wheat and observed after winter - “new weed emergences” and “new weed species” - i.e. namely new weed individuals or species who appeared during spring season. Older weeds were found to exhibit the most negative correlation with yield ( $-0.41$  at wheat flowering). New species, emerging after spring harrowing, never had any significant impact on yield. WC derived from “old weeds” category, showed an additive effect of harrowing and chemical weeding. The highest WC (95%) was found under the combination of mechanical (3 passes of harrow) and chemical weeding. WC reached 69% when the sole herbicide was used, while it ranged between 65 and 86% when the sole mechanical weeding is applied. Globally, no statistical differences between 1, 2 or 3 passes of harrow were observed. We concluded that, in some cases, it’s possible to use only one pass of harrow to control weeds.

## 21.6 Article scientifique *Agriculture, Ecosystems and Environment*

Un article scientifique intitulé “ Effect of long-term tillage and residue managements on weed flora and its impact on winter wheat development” a été publié dans *Agriculture, Ecosystems and Environment*

### **Abstract**

In Hesbaye region (Belgium) with a loamy soil and under temperate climatic condition, winter wheat is a key component of agricultural rotations. As part of these rotations, soil management is a known driver of soil fertility and carbon storage. However, it could also influence the weed flora. In this study, the long-term effect of four soil management on the expressed and potential weed flora was examined. Soil management levers were i) the export (OUT) or restitution (IN) of crop residues and ii) the burial of residues by conventional tillage (mouldboard ploughing 25 cm depth, CT) or reduced tillage (cultivator ploughing 10 cm depth, RT). The weed seedbank and expressed flora in winter wheat were characterized. Weed diversity was assessed using the Richness and the Shannon diversity index. Then, the impact of flora and management on yield were investigated. Tillage management showed little impact on weed diversity with only a slight increase in diversity in reduced tillage.

However, reduced tillage resulted in a higher weed seedling density and a higher weed density than conventional tillage, which indirectly led to yield losses. Exporting residues had no clear effect on weeds. In conclusion, within cropping systems based on the cultivation of wheat, reduced tillage can pose problems for the long-term management of the weed flora, and great attention has to be paid to its management.

Cet article est référencé comme suit : Lacroix, C., Vandenberghe, C., Monty, A., and Dumont, B. (2024). *Effect of long-term tillage and residue managements on weed flora and its impact on winter wheat development. Agriculture, Ecosystems & Environment*, 366:108937.

L'article est disponible au lien suivant : <https://hdl.handle.net/2268/318213>

## 21.7 Thèse de doctorat

La these de doctorat intitulé « Effects of different agronomic strategies on the short- and long-term management of weed flora in arable crops. » de Lacroix Christophe financé par le projet a été défendu en juillet 2024.

### **Abstract**

Depuis le début de l'agriculture, l'homme a essayé de gérer la flore adventice pour éviter les pertes de rendements. Après la guerre, l'utilisation intensive de produits phytopharmaceutiques de synthèses et d'engrais minéraux a permis d'augmenter la production agricole. Le recours aux herbicides a permis un contrôle très efficace des adventices. Cependant, l'utilisation des herbicides a un effet néfaste sur l'environnement et sur la santé humaine. De plus, très vite, des individus résistants à certaines matières actives sont apparus, mettant en péril le mode de gestion des adventices. Suite à ces conséquences négatives, l'un des grands défis du 21e siècle est d'arriver à produire tout en rendant l'agriculture plus durable et moins dépendante des produits phytopharmaceutiques de synthèses. La grande dépendance des systèmes agricoles aux herbicides rend ce défi compliqué. Le but de cette thèse est d'étudier les effets de différents leviers agronomiques sur la gestion à court et à long terme de la flore adventice en grandes cultures. Concernant la gestion à court terme, cette thèse s'est concentrée sur la possibilité de réduire l'utilisation d'herbicides dans la culture de blé d'hiver par l'utilisation d'outils de désherbage mécanique tels que la herse étrille (essais factoriels annuels, 6 années de données entre 2010-2022). Une question sous-jacente a été de savoir si la combinaison de la lutte directe (mécanique et/ou chimique) avec une mesure de prévention de l'implantation (retard de la date de semis) pouvait améliorer le contrôle des adventices dans le blé d'hiver et ainsi diminuer l'utilisation d'herbicides (essai factoriel, une année de données 2022-2023). La deuxième question était d'évaluer l'effet cumulatif des différentes mesures de gestion du sol (exportation des résidus et intensité du travail du sol) sur la flore adventice et le rendement (essai factoriel de longue durée, données en 2021-2022). Enfin, la dernière question visait à déterminer l'effet de différents systèmes de cultures différenciés par leur niveau de fertilisation organique exogène et par le système de travail du sol (intégrant une multitude de pratiques agronomiques) sur la flore adventice dans les cultures de maïs biologiques (essai système de longue durée, données entre 2021-2023). Les résultats ont montré que le désherbage à la herse étrille en culture de froment d'hiver permettait un contrôle des adventices qui dans certains cas était suffisant. Toutefois, son efficacité variait fort selon la composition de la flore, la pression initiale et l'année. La herse étrille n'a pas permis à elle seule d'avoir une efficacité aussi grande que le désherbage chimique. La combinaison du désherbage mécanique et chimique a permis de manière interannuelle de diminuer la variabilité et d'assurer un désherbage avec une haute efficacité. Le retard de la date de semis (semis de mi-octobre décalé à la mi-novembre) s'est avéré être un levier très efficace dans l'objectif d'une gestion de la flore adventice. Celui-ci s'est avéré agir à plusieurs niveaux, premièrement, en diminuant le nombre de levées d'adventices avec un effet accru sur les vulpins. Deuxièmement, le retard

de la date de semis a permis d'améliorer à la fois l'efficacité du désherbage à la herse étrille et chimique. Enfin, le retard de la date de semis a permis de diminuer la production de biomasse des adventices sous un seuil n'entraînant aucune perte de rendement significative. La gestion de longue durée du sol s'est avérée être un élément important pour la gestion à long terme de la flore adventice et du rendement en blé d'hiver. Par contre, dans ce contexte, seul l'effet du labour a impacté les adventices tandis que l'exportation ou non des résidus ne semble pas avoir un effet majeur. Le labour a permis de diminuer la quantité de graines viables présentes dans le stock semencier ainsi que l'abondance (en termes d'adventices et de biomasses) dans la culture de froment d'hiver. Le labour a permis de diminuer la pression en vulpin, mais peu de différences en termes de diversité des adventices ont été observées. Le labour a permis indirectement d'obtenir un rendement supérieur en blé d'hiver grâce à la diminution des pertes de rendement engendrées par les adventices comparées à celles du non-labour. Enfin, les différents systèmes de cultures en agriculture biologique ont montré un effet sur l'abondance et la diversité d'adventices présentes en culture de maïs. Tout comme pour l'expérimentation précédente, le labour semble être le grand driver de la composition des communautés et l'abondance en adventices. Un système en non-labour et avec une fertilisation organique réduite permet d'avoir une diversité taxonomique d'adventices beaucoup plus importante, mais avec à la fois le développement d'adventices peu nuisibles et d'adventices problématiques, telles que le chardon et le ray gras italien. Tout comme en conventionnel le non-labour a induit une pression en adventices élevée (en termes d'abondance et de biomasse). Ce système ne permet donc pas une bonne gestion des adventices. Celles-ci ont engendré in fine une perte de rendement à cause de la compétition induite. Ce système, même en absence totale d'adventices, s'est révélé avoir des rendements plus faibles. La rotation et le niveau de fertilisation organique n'a pas eu d'impact significatif à la fois sur la composition et l'abondance des adventices. Par contre, une fertilisation organique supérieure a tendance à augmenter le rendement en maïs. L'application cohérente de différents leviers agronomiques peut permettre une gestion durable de la flore adventice tout en diminuant (voire évitant) l'application d'herbicides.

Celui-ci est disponible à partir de juillet 2025 au lien suivant : <https://hdl.handle.net/2268/320069>

## 21.8 Congrès du Groupe Français de recherche sur les Pesticides

Une première communication orale intitulée *Evaluation du devenir des produits phytopharmaceutiques en plein champ en fonction des pratiques culturales : Sol-Phy-Ly* a été faite par Alodie Blondel et Christophe Vandenberghe lors du congrès qui s'est tenu à Namur en mai 2021

### **Résumé de la communication**

La préservation de la ressource en eau souterraine est un enjeu important pour un approvisionnement en eau potable de bonne qualité. La contamination des eaux souterraines n'étant visible qu'après de nombreuses années, il est nécessaire d'anticiper le flux de produits phytopharmaceutiques (PPP) pouvant les atteindre.

La finalité du projet Sol-Phy-Ly est de contribuer à une meilleure compréhension (i) de la dégradation des PPP dans le sol, en conditions réelles de plein champ et dans quatre configurations de pratiques culturales (labour ou travail simplifié du sol et restitution ou exportation des pailles) et (ii) du flux de PPP vers les eaux souterraines.

L'originalité de ce projet repose sur l'utilisation de lysimètres. L'eau qui percole à travers le sol de chaque lysimètre est collectée à 2 m de profondeur. Ceci permet de mesurer le flux de PPP transitant dans le sol et atteignant les eaux souterraines. En effet, il est considéré qu'après 2 m de profondeur, l'eau ne peut plus être mobilisée par le système racinaire des cultures. Le flux de PPP à cette profondeur est donc assimilé au flux qui atteindra les eaux souterraines à plus ou moins brève échéance. L'utilisation de lysimètres permet d'anticiper l'impact de l'usage d'une substance active sur la qualité des eaux.

Une des molécules étudiées dans le cadre de ce projet est un herbicide : la bentazone. En effet, c'est la deuxième molécule la plus souvent détectée et quantifiée dans les eaux souterraines wallonnes. Cette molécule est autorisée en culture de poids et de fève principalement et est approuvée jusqu'en mai 2025. Elle était jusqu'en 2017 autorisée également en maïs.

Sur les parcelles expérimentales situées à l'aplomb des lysimètres, de la bentazone a été appliquée, selon les bonnes pratiques agricoles, en juin 2019 sur du maïs. Dans un premier temps, un suivi de sa concentration dans le sol a été effectué. Pour cela, un prélèvement composite de sol par semaine a été réalisé sur chacune des 4 modalités de culture étudiées. Ces prélèvements ont été répétés hebdomadairement jusqu'à atteindre notre limite de détection ( $2 \mu\text{g.kg}^{-1}$ ). Dans un second temps, dès que de l'eau est arrivée à la base des lysimètres, un suivi de la concentration dans l'eau a été réalisé. Les premiers échantillons d'eau ont été collectés mi-décembre 2019 et par la suite, le suivi a été réalisé en fonction de la pluviométrie et donc du volume d'eau recueilli à l'exutoire des lysimètres.

Concernant les résidus de bentazone dans le sol, les parcelles en labour et celles en non labour présentent des différences de concentration pour les horizons 0-10, 10-20 et 20-30 cm tout de suite après épandage.

De plus, 8 jours après son application, de la bentazone est retrouvée dans les échantillons prélevés dans la couche 60-90 cm de profondeur quel que soit le travail du sol.

Pour l'eau, les échantillons analysés présentent une teneur en bentazone inférieure à  $100 \text{ ng.L}^{-1}$  sauf le tout premier échantillon d'un des quatre lysimètres.

Ces résultats tendent à montrer, qu'appliquée dans de bonnes conditions et sur un sol adapté, la bentazone ne pose pas de problème de contamination dans les eaux souterraines.

La vidéo relative à ce résumé est disponible sur le site du GFP : <http://www.gfpesticides.org/congres/579/593-20-mai-2021.html> , c'est la vidéo numéro J1V4.

Une seconde communication orale intitulée *Utilisation des résultats du projet Sol-Phy-Ly pour une proposition de recommandation d'usage* a été faite par Alodie Blondel lors du congrès qui s'est tenu à Paris du 31 mai au 2 juin 2023.

### Résumé de la communication

La préservation de la ressource en eau souterraine est un enjeu important pour un approvisionnement en eau potable de bonne qualité. La contamination des eaux souterraines n'étant visible qu'après de nombreuses années, il est nécessaire d'anticiper le flux de produits phytopharmaceutiques (PPP) pouvant les atteindre.

C'est avec cette ambition que le projet Sol-Phy-Ly a été mis en place en 2018. En effet, les objectifs de ce projet sont d'évaluer le devenir des PPP en plein champ en fonction des pratiques culturales dans le but de contribuer à une meilleure compréhension (i) de la dégradation des PPP dans les sols, en condition réelles de plein champ et (ii) du flux de PPP vers les eaux souterraines (Vandenberghe et al., 2022).

Dans le cadre de ce projet, huit parcelles limoneuses sont suivies. Quatre parcelles font partie du domaine expérimental de Gembloux Agro-Bio Tech et quatre sont des parcelles exploitées par des agriculteurs dans une région de grandes cultures. Sous chacune de ces parcelles, un lysimètre est installé depuis plus de 10 ans. Les concentrations en PPP dans les eaux de percolation et dans le sol à l'aplomb des lysimètres sont suivies à des pas de temps réguliers en fonction des traitements.

De ce fait, par matière active, nous disposons de répétitions d'observations 'apports PPP – analyses PPP' dans le sol et dans les eaux. Pour chacun des PPP suivis, l'évolution de la concentration dans le sol au cours des semaines, des mois, voire des années qui suivent son application a été examinée par rapport à la quantité initiale apportée. Un bilan entre la/les quantité(s) appliquée(s) lors du traitement et la quantité collectée à la base des lysimètres a également été réalisé.

L'expérience acquise a ainsi permis de proposer la possibilité de doser des résidus de PPP dans les sols comme indicateur d'usage en termes de stock de PPP dans le sol en fonction de l'ancienneté du traitement (semaine, mois ou année). Une première application de cet indicateur est en cours via la mise en place d'une Mesure Eau Captage (MECap). Ce programme, sur base volontaires, rémunère les agriculteurs dans les aires d'alimentation de captages où une contamination par un ou plusieurs PPP a été mesurée.

Un des points du cahier des charges de cette mesure est l'abandon, en culture de maïs, de l'utilisation de produits à base de terbuthylazine, S-métolachlore, diméthénamide-P, pendiméthaline et flufénacet. En effet ces molécules ou leurs métabolites ont été retrouvés en concentrations supérieures aux normes de potabilisation dans des captages ou ont été identifiées dans la liste des molécules présentant un risque élevé de transfert vers les nappes selon le rapport INDIC'eau (Durenne et al., 2022).

Le contrôle du respect du cahier des charges sera réalisé par des analyses de sol et comparaison au référentiel proposé par Sol-Phy-Ly.

Mots-clés : Lysimètre, eau souterraine, services environnementaux, protection des captages, PSE paiement pour service environnementaux. Le projet Sol-Phy-Ly bénéficie du soutien financier du Service Public de Wallonie.

Un article, intitulé : Validation d'une méthode d'analyse du glyphosate dans le sol et suivi de son devenir en plein champ en fonction des pratiques culturales, a été publié dans les actes du congrès du 50<sup>e</sup> congrès du GFP et est disponible en ligne : [http://www.gfpesticides.org/bdd\\_fichiers/6229a3c25d890f2c20e6f33b607b25b1de367380b19.pdf](http://www.gfpesticides.org/bdd_fichiers/6229a3c25d890f2c20e6f33b607b25b1de367380b19.pdf) , p 280 à 290.