



INRAE

Laboratoire d'Analyses des Sols

Giovanni CARIA

Ingénieur de recherche - INRAE LAS (Arras)

Alexandre VERDU

Ingénieur d'applications - Société BRUKER



PROJET

Développement de méthodes d'analyse
ciblée et non ciblée de CTO dans les sols
à l'aide de la LC QTOF MS

➤ OBJECTIFS

- Innover l'approche méthodologique pour déterminer le contenu en CTO le plus exhaustif possible des sols
- Contribuer au diagnostic de l'état de l'environnement et en particulier des sols
- Assurer le suivi de l'évolution de la qualité des sols (pharmacovigilance)
 - * Développer des méthodes de screening ciblé de CTO d'intérêt dans les sols
 - * Développer des méthodes de screening non ciblé de CTO dans les sols



ANALYSE CIBLÉE

- Sélectionner et acquérir des CTO de familles chimiques différentes susceptibles de se retrouver dans les sols
- Etudier l'étalonnage des CTO en LC QTOF MS
- Sélectionner et préparer des sols de nature différente pour mener des études de rendements des CTO choisis
- Sélectionner une technique d'extraction des CTO dans les sols et définir son paramétrage optimal
- Etude et optimisation des rendements d'analyse des PPP dans les 5 sols de natures différentes
- Valider l'analyse ciblée par LC QTOF MS

➤ SÉLECTION DE CTO

➤ **Triazines** (herbicides)

amétryne, atraton, déséthyl-atrazine, déisopropyl-atrazine, atrazine, cyanazine, desmétryne, méthoprotryne, prométryne, prométon, propazine, simazine, terbutylazine

➤ **Phénylurées** (herbicides)

diuron, DCPU, DCPMU, isoproturon, IPA, IPPU, IPPMU, fénuron, linuron, méthabenzthiazuron, monuron, monolinuron, néburon

➤ **Pesticides émergents** (herbicides, fongicides, insecticides)

acétochlore, aclonifen, boscalide, clomazone, époxiconazole, fenpropidine, imidaclopride, métazachlore, métolachlore, thiaclopride

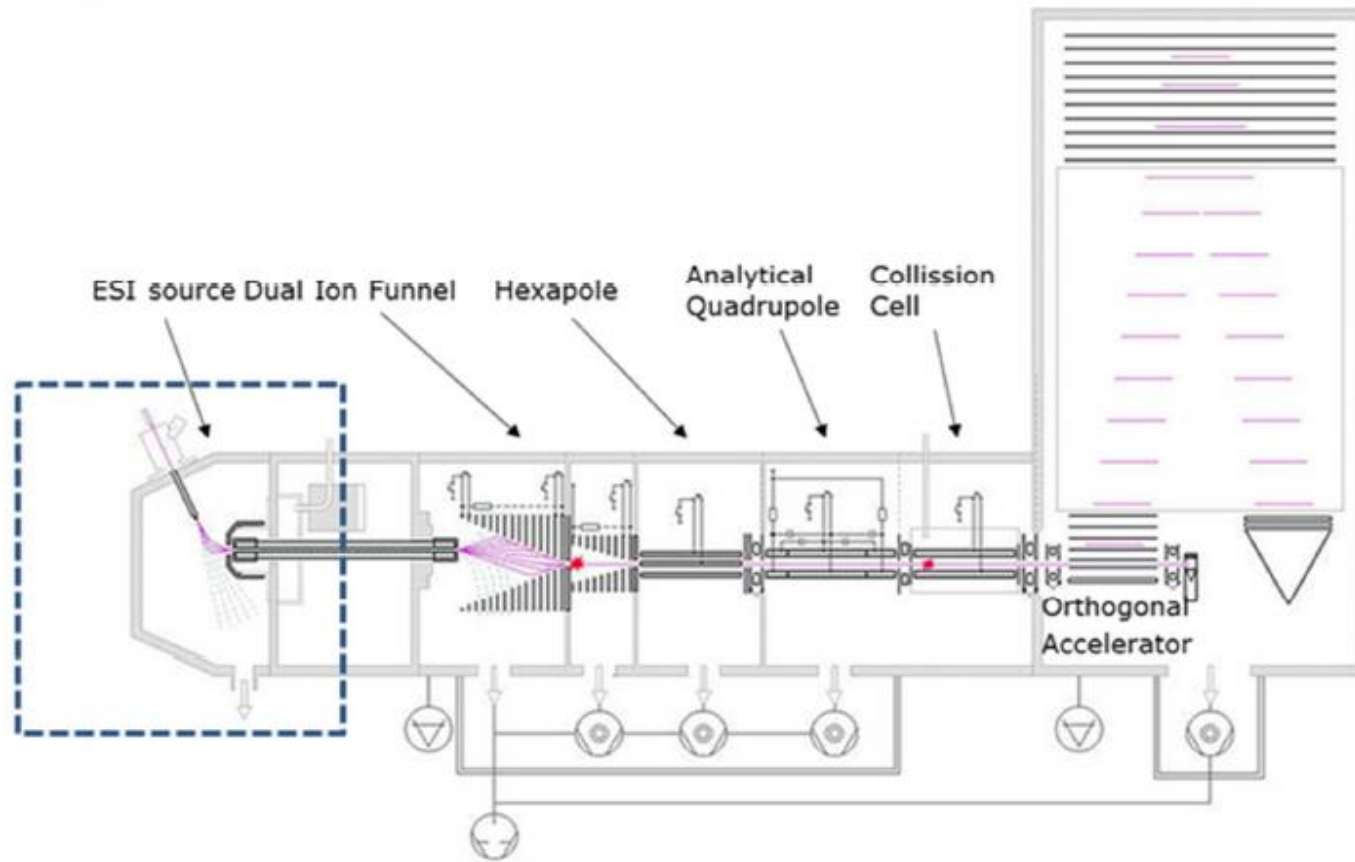
➤ **Produits pharmaceutiques (vétérinaires et médicaments)**

carbamazépine, ciprofloxacine, danofloxacine, diclofénac, dicyclanil, enrofloxacine, florfénicol, fluoxétine, gemfibrozil, monensin, norfloxacine, ofloxacine, orbifloxacine, phénacétine, sulfabenzamide, sulfadiazine, sulfadiméthoxine, sulfadimidine, sulfamérazine, sulfaméthoxazole, sulfanilamide, sulfathiazole, triméthoprim

➤ **Hormones**

17 alfa-estradiol, 17 bêta-estradiol, 17 alfa-éthynylestradiol, estriol, estrone, progestérone, testostérone

➤ SÉLECTION OUTIL LC QTOF MS

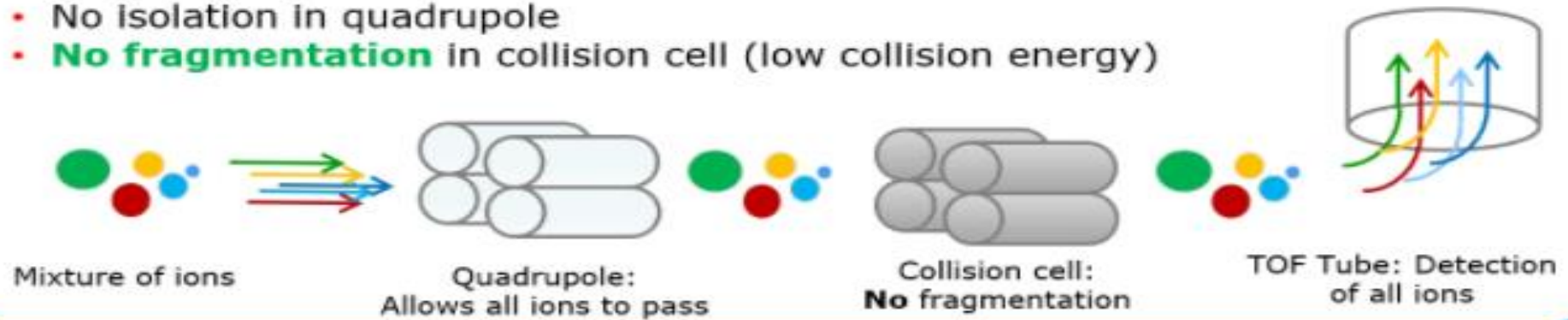


QTOF MS Bruker Impact II

➔ SÉLECTION OUTIL LC QTOF MS

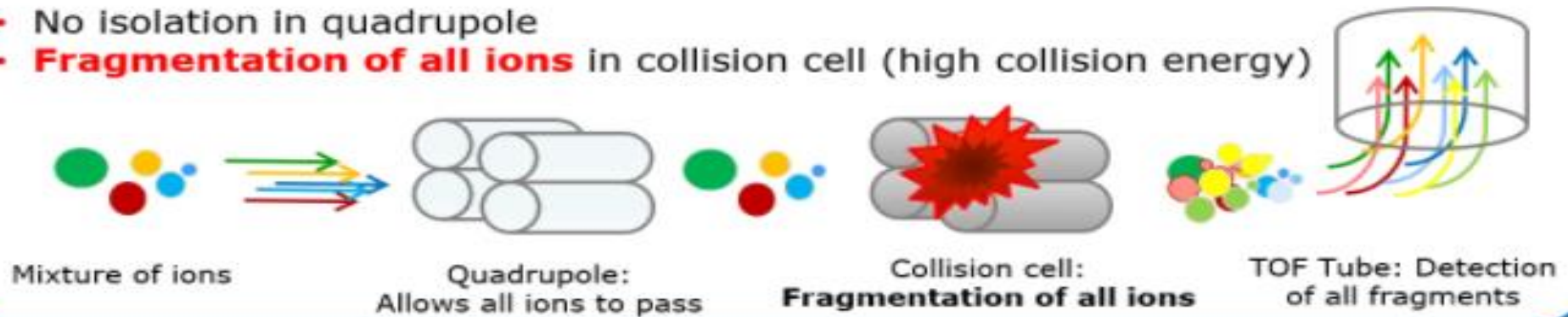
MS Scan

- No isolation in quadrupole
- **No fragmentation** in collision cell (low collision energy)



Broadband CID Scan

- No isolation in quadrupole
- **Fragmentation of all ions** in collision cell (high collision energy)



QTOF MS Bruker Impact II

➤ PARAMÉTRAGE LC QTOF MS

Conditions HPLC :

- Colonne : Acclaim C18 100 mm x 2,1 mm x 2,2 μm
- Four colonne à 30°C
- Séparation : H₂O / Méthanol (90/10) à (10/90) en 20 min
- Débit de 0,200 $\mu\text{l}/\text{min}$
- Injection de 5 μL

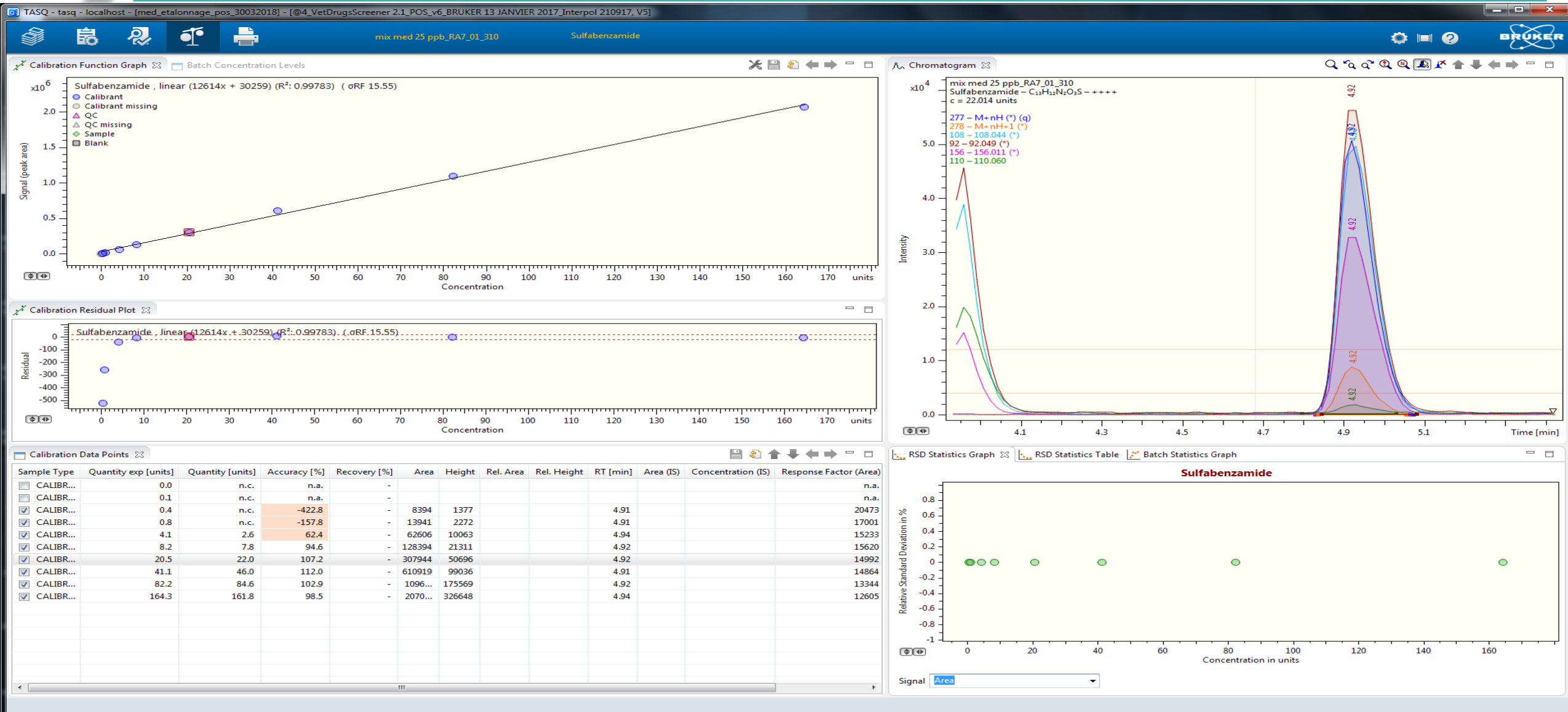
Paramètres en masse :

- Ionisation ESI + et -
- MS et MS/MS

Dosage :

- Identification par injection de solutions étalons individuelles
- Gamme d'étalons étudiée de 0,0001 à 500 $\mu\text{g}/\text{l}$

ANALYSE CIBLÉE : SULFABENZAMIDE



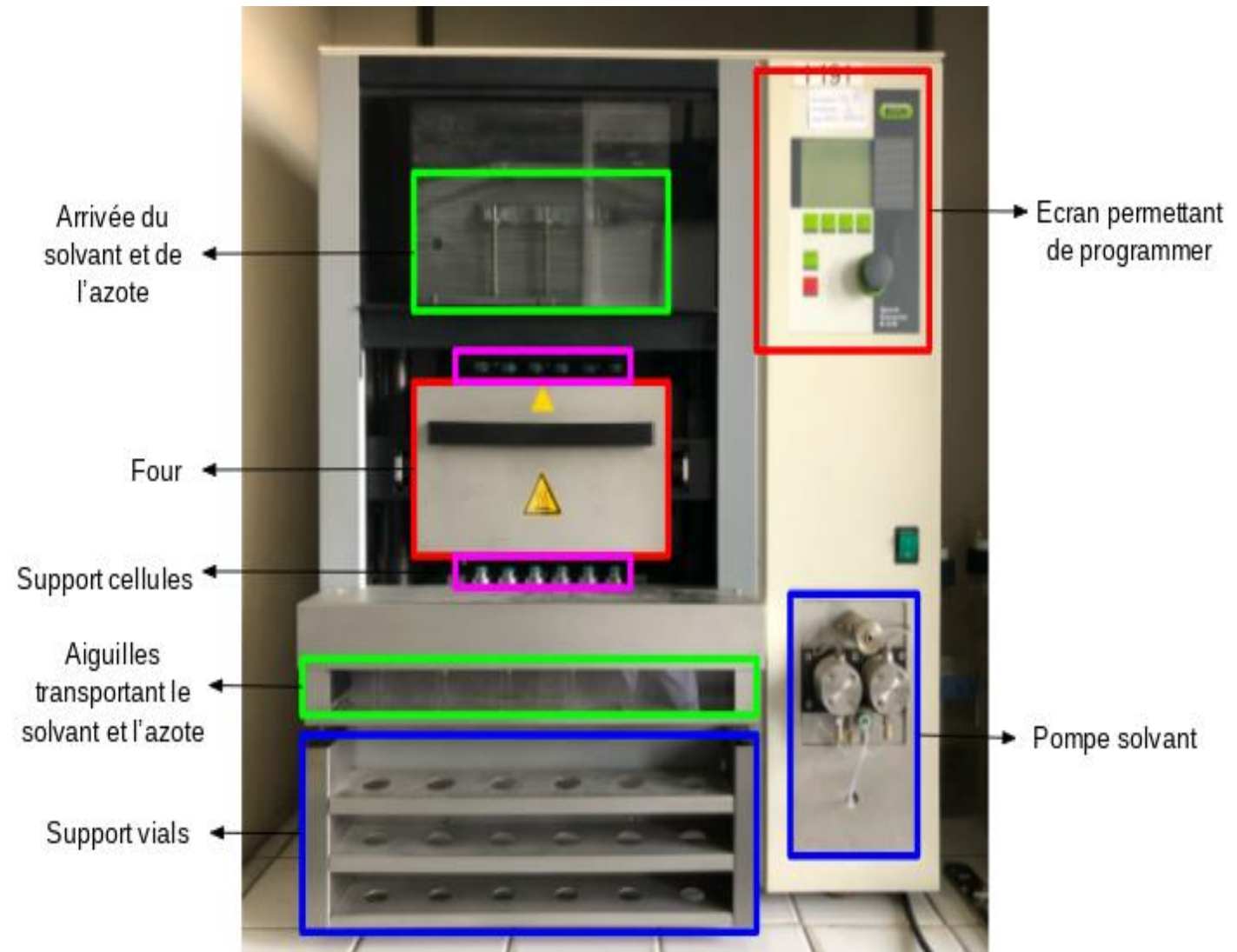
➤ SÉLECTION DES SOLS

Origine	Nature	Argiles g/kg	Limons fins g/kg	Limons grossiers g/kg	Sables fins g/kg	Sables grossiers g/kg	COT g/kg	N total g/kg	CaCO3 g/kg	pH
Liévin	Limon loessique	205	255	457	74	9	22	1,5	1	6,6
Airon-Saint-Vaast	Dépôts sableux redistribués sur glacis	111	109	200	341	239	12	1,2	16	8
Dompierre-sur-Helpe	Alluvions limoneuses	380	321	268	22	9	38	4,0	< 1	5,5
Bailleul (Steenwerck)	Alluvions de la plaine de la Lys	312	260	293	102	33	13	1,4	< 1	7,5
Marcq-en-Ostrevent	Loess	194	236	446	112	12	12	1,2	3	7,9

➤ SÉLECTION DE L'EXTRACTION « PLE » (BÜCHI E-916)

Pressurized-Liquid Extraction

- Utilisation de cellules métalliques pour extraction du sol
- Pesée de 10 g de sol
- Paramètres de l'extraction :
 - Température
 - Pression
 - Nombre de cycles d'extraction
 - Nature des solvants organiques
- Concentration et filtration des extraits de sol avant analyse



➤ CTO CIBLÉS (ESI+) : RENDEMENTS / CV

CTO	Rdt %	CV %	CTO	Rdt %	CV %	CTO	Rdt %	CV %
IPPMU	118	3	Neburon	92	5	Carbamazepine	98	2
IPPU	90	3	Prometon	119	3	Diclofenac	49	25
Ametryn	110	1	Prometryn	103	2	Dicyclanil	62	38
Atraton	102	2	Propazine	111	1	Florfenicol (NH4)	99	1
Atrazine	102	4	Simazine	102	5	Gemfibrozil	79	9
Atrazine-desethyl	93	4	Terbuthylazine	101	3	Phenacetin	107	9
Cyanazine	113	3	Acétochlor	107	4	Sulfabenzamide	46	8
DCPMU	95	4	Aclonifen	73	10	Sulfadiazine	55	18
DCPU	70	11	Boscalid	87	16	Sulfadimethoxine	61	4
Desmetryn	110	2	Clomazone	102	1	Sulfadimidine	52	6
Diuron	101	2	Epoxiconazole	107	18	Sulfamerazine	50	6
Fenuron	106	2	Imidacloprid	126	28	Sulfamethoxazole	60	7
Isoproturon	120	7	Métazachlor	110	3	Sulfanilamide	36	11
Linuron	100	2	Métolachlor	94	4	17-alfa-ethynylestradiol	77	15
Methabenzthiazuron	100	2	Thiacloprid	104	3	Estriol	55	21
Methoprotryne	100	2	Thiaméthoxam	112	2	Estrone	71	13
Metolachlor	94	4				Progesteron	83	6
Monolinuron	108	2				Progesterone	83	6
Monuron	106	3				testosterone	84	6

➤ ANALYSE NON CIBLÉE « SUSPECT »

Mode « suspect » : analyse non ciblée de CTO « inconnus connus » dans une sélection de 40 sols RMQS (usages agricoles variés)

- Analyse LC QTOF MS : fragmentation des ions détectés (données collectées mais sans liens entre les ions produits)
- Traitement des données analytiques par le logiciel Tasq couplé à des bases de données : Pestcreener / Toxcreener / Vetscreener
- Identification des CTO et score d'identification selon :
 - * Masse exacte
 - * Profil isotopique (différence de masse entre les isotopes et ratios d'intensités inter-isotopes)
 - * Temps de rétention (lié à la méthode HPLC utilisée)
 - * Présence d'ions qualifiants (MS-MS, fragments de source, adduits, isomères)

➤ ANALYSE NON CIBLÉE « SUSPECT »

Bases	PestScreener	ToxScreener	VetDrugScreener
analytes	Produits phyto pharmaceutiques	Produits phyto pharmaceutiques Médicaments hormones	Produits vétérinaires Médicaments
Mode +	848	1256	230
Mode -	294	30	98

Bases élaborées par des laboratoires européens de référence équipés du système LC QTOF MS Bruker Impact II dans les mêmes conditions de chromatographie et de spectrométrie de masse.



ANALYSE « SUSPECT » D'UN SOL

Analyte	Formula	S/N	Area	Score	m/z Score	RT Score	mSigma Score	Ions Score
Aclonifen	<chem>C12H9ClN2O3</chem>	80	39362	++++	++	++	++	++
Adenine	<chem>C5H5N5</chem>	91	4655447	++++	++	++	++	++
Adenosine	<chem>C10H13N5O4</chem>	158	1837712	++++	++	++	++	++
Atrazine 2-Hydroxy	<chem>C8H15N5O</chem>	1671	4274529	++++	++	++	++	++
Azoxystrobin	<chem>C22H17N3O5</chem>	76	102213	++++	++	++	++	++
Benomyl	<chem>C9H10N3O2¹⁺</chem>	213	1181122	++++	++	++	++	++
Bixafen	<chem>C18H12Cl2F3N3O</chem>	415	185427	++++	++	++	++	++
Boscalid	<chem>C18H12Cl2N2O</chem>	817	781539	++++	++	++	++	++
Bromuconazole 1	<chem>C13H12BrCl2N3O</chem>	108	45007	++++	++	++	++	++
BTS 40348 (metabolite prochloraz)	<chem>C11H14Cl3NO</chem>	189	335524	++++	++	++	++	++
Carbendazim	<chem>C9H9N3O2</chem>	213	1181122	++++	++	++	++	++
Chlorotoluron	<chem>C10H13ClN2O</chem>	151	690483	++++	++	++	++	++
Cotinine	<chem>C10H12N2O</chem>	77	366233	++++	++	++	++	++
Cyprodinil	<chem>C14H15N3</chem>	153	446878	++++	++	++	++	++
Diflufenican	<chem>C19H11F5N2O2</chem>	170	91230	++++	++	++	++	++
Epoxiconazole	<chem>C17H13ClFN3O</chem>	249	782723	++++	++	++	++	++

➤ ANALYSE « SUSPECT » DE 40 SOLS

Identification ESI (+) de 716 CTO :

371 produits phytopharmaceutiques (51,8 %)

219 médicaments humains ou vétérinaires (30,6 %)

85 drogues de synthèse (11,9 %)

18 hormones animales ou végétales (2,5 %)

15 produits naturels (2,1 %)

4 produits industriels (0,6%)

4 produits chimiques autres (0,6%)

Les produits phytopharmaceutiques :

143 insecticides (38,5%)

125 herbicides (33,7%)

100 fongicides (27,0%)

2 rodenticides (0,5%)

1 antioxydant (0,3%)



ANALYSE NON CIBLÉE « SUSPECT »

49 métabolites :

- 10% de produits naturels
- 12% de drogues
- 18% de médicaments
- 59% de PPP :
 - 29% insecticides - 16% herbicides - 14% fongicides

35 produits interdits :

- 14% de médicaments
- 86% de PPP :
 - 41% insecticides - 27% herbicides - 18% fongicides

➤ ANALYSE NON CIBLÉE « NTS »

Le mode « NTS ou Non Target Screening » est l'analyse non ciblée de CTO « inconnus inconnus » ou « vrais inconnus » :

- Analyse LC QTOF MS : conditions chromatographiques inchangées mais paramétrage en masse différent, auto MSMS: attribution d'un spectre de masse pour chaque ion détecté
 - Traitement des données analytiques par Metaboscape, outil statistique permettant de regrouper les informations d'un CTO :
 - * Masse exacte (rapport m:z)
 - * Profil isotopique
 - * Temps de rétention
 - * Spectre de masse
 - * isotopes, adduits
- Etape de réduction de l'information en « Feature table »

➤ ANALYSE NON CIBLÉE « NTS »

- Etape de création de groupes d'échantillons :
 - * Solutions étalons CTO
 - * Blancs de méthode
 - * Sols agricoles

- Paramétrage du traitement des données :
 - * Intensité minimale du pic
 - * Nombre minimal de points par pic
 - * Gamme de masse explorée
 - * Tolérance maximale pour le temps de rétention

- Traitement Metaboscape par déconvolution des ions :
 - * Prise en compte des adduits
 - * Recalibration en masse
 - * Réalignement des temps de rétention de tous les chromatogrammes

ANALYSE NON CIBLÉE « NTS »

- Résultats du traitement statistique par Metaboscape :

- * Analyse à composantes principales (PCA) en fonction de la présence des CTO et de leur intensité
- * Liste de CTO identifiés à l'aide de bases de données
- * Boîte à moustaches ou « Box plot » montrant la présence ou absence de CTO dans les groupes d'échantillons révélés par la PCA

- Bases de données pour annotation ou identification des CTO :

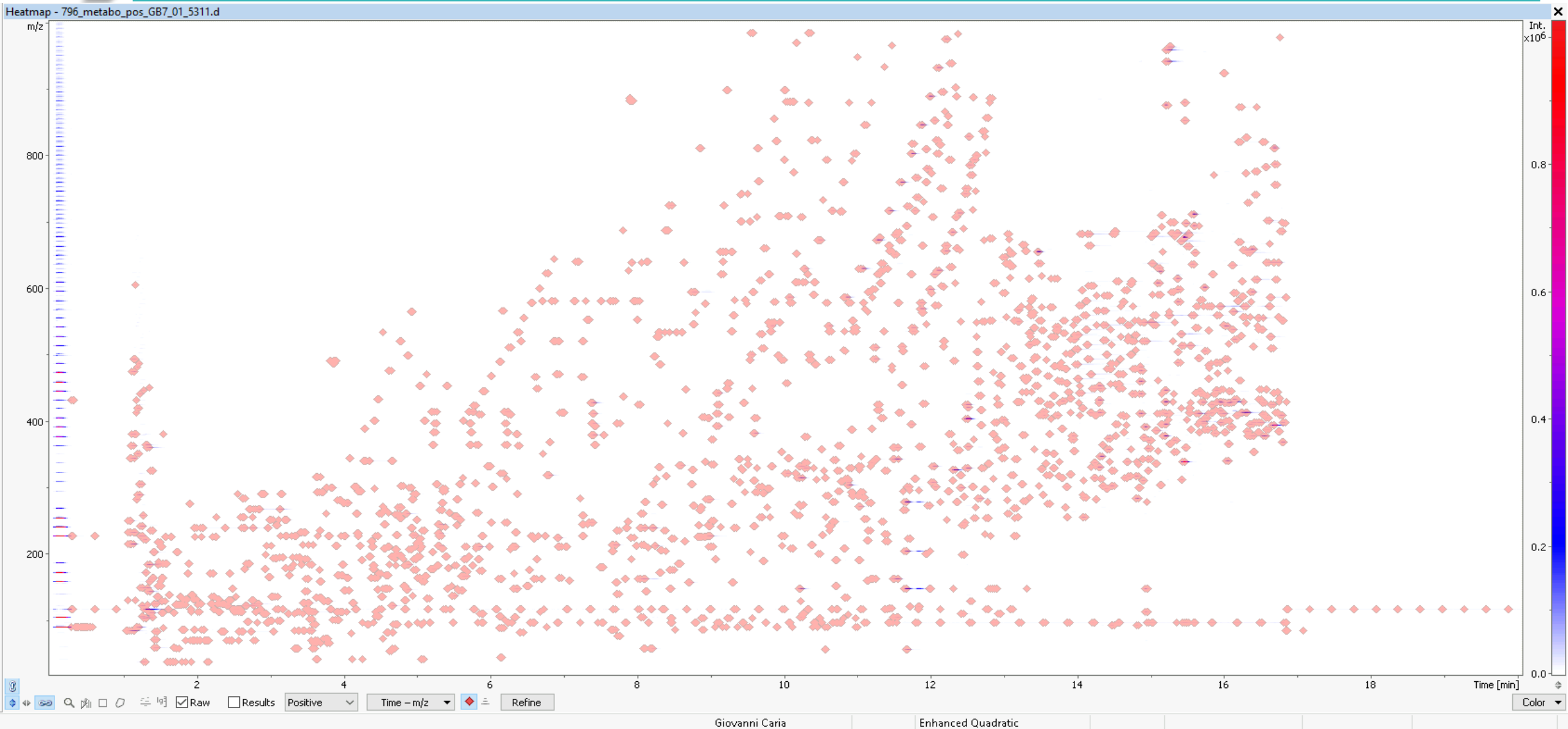
- * Target list : liste de CTO ciblés
- * Spectral library : spectres de masse de CTO
- * Smart formula : formules brutes de CTO
- * Compound crawler
- * Metfrag : fragments et métabolites de CTO

- Score d'annotation selon :

- * Masse exacte (rapport m/z)
- * Temps de rétention
- * Spectre de masse/masse
- * Sigma fit



ANALYSE « NTS » D'UN SOL AGRICOLE RMQS



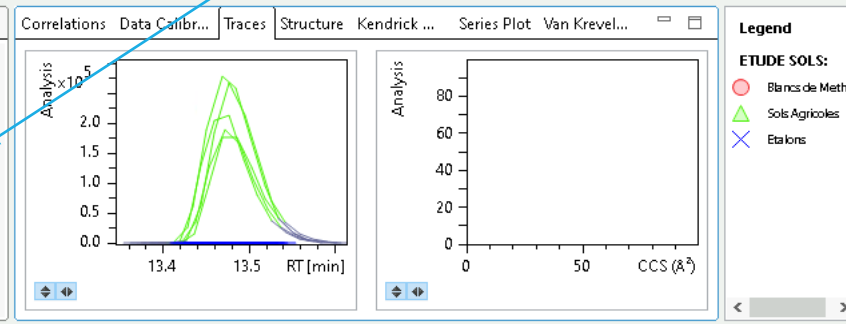
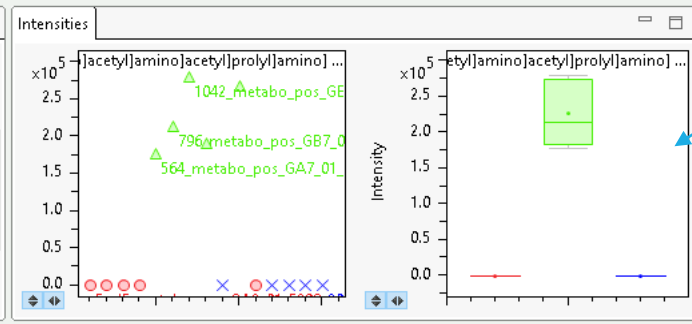


ANALYSE « NTS » DE 5 SOLS AGRICOLES

Box plot

- Groups
- Statistics
- Annotation
- Pathway Mapping
- Processing
- Export
- Save

Sample Name	T	Sample Vol.	Mass Cali...	Chrom. Al...	#Features (...)
6	5ndFbis_m...		0.00013	1.01416	2556 (1370)
7	Sols agricoles	1.0			
8	564_metab...		0.00009	0.49983	3379 (1073)
9	796_metab...		0.00006	0.19410	3603 (1003)
10	1042_meta...		0.00010	0.27291	3628 (1304)
11	1214_meta...		0.00010	0.68784	3693 (951)
12	1039_meta...		0.00008	0.30407	3607 (1144)
13	Etalons	1.0			
14	etalon200...		0.00009	1.05853	2281 (1274)
15	200ppb_m...		0.00010	0.04507	2182 (1457)

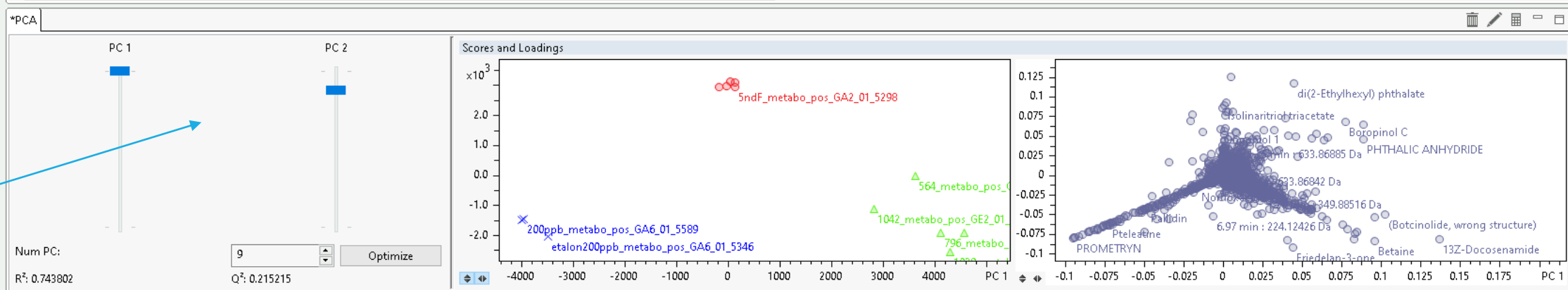


RT [min]	m/z meas.	Name	Molecular For...	Ions	Annotations	AQ	Annotation Source	MS/MS	MS/MS score	Flags	5ndF_metabo_p...	6ndF_metabo_p...	7ndF_metabo_p...	8ndF_metabo_p...	564_metabo_p...	796_metabo_pos...	1042_metabo_po...	1214_m...
12	13.48	1-[2-[[1-[2-[[2-...	C ₂₆ H ₄₃ N ₁₁ O ₉	± □	CC SF M	M					0	0	0	0	177598	213760	279614	
13	14.30	431.37345	C ₂₅ H ₅₀ O ₅	± □ ■ ■ ■	SF						0	168	0	0	159906	90852	137058	
14	14.85	459.40444	1-(24-Hydroxy...	± □ ■ ■	TL SF		The used Target List doe...				0	314	0	0	153436	113550	118304	
15	16.68	393.31516	Ergosta-4,6,8(1...	± □ ■	TL SF		Knapsack_DB				656	428	590	1288	142746	538806	88522	
16	15.42	371.35213	23-Hydroxytric...	± □ ■ ■	TL SF		Knapsack_DB				40126	31256	17348	137662	4490	14648		
17	16.03	399.38317	25-Hydroxytyp...	± □ ■	TL SF		Knapsack_DB				38856	36016	25122	27500	134300	4182	8526	
18	15.22	312.28991	(4E, 8E, 2R, 3S)...	± □ ■	TL SF		The used Target List doe...				28296	29708	25170	24588	133794	6882	8152	
19	11.69	57.07021		± □ ■	TL SF						105840	84964	91004	91010	130610	82158	68700	

Annotation

Sample table

PCA





ANALYSE NTS D'UN SOL AGRICOLE

3901 Features annotés avec Metaboscape à l'aide de la base Smart formula

*Feature Table

	RT [...]	m/z meas.	Name	Molecular For...	Ions	Annotations	AQ	Annotation Source	MS/MS	MS/MS score	Flags	5ndF
3884	12.36	659.64612		C ₉₁ H ₂₆ N ₁₀ O ₃₃ P:	± □	SF			ll.b			
3885	12.38	640.29980		C ₉₁ H ₁₃₄ N ₁₃ O ₂₆ P	± □	SF			ll.b			
3886	12.85	965.46441		C ₉₁ H ₁₄₄ l ₂ N ₂₀ O ₆ F	± □	SF						
3887	12.78	922.44524		C ₉₁ H ₁₅₅ l ₂ N ₄ O ₁₀ F	± □	SF						
3888	12.71	958.45598		C ₉₂ H ₃₈ l ₄ N ₁₁ O ₅ P	± □	SF						
3889	14.32	585.10932		C ₉₂ H ₁₈₈ l ₉ O ₉ P ₂	± □	SF						
3890	13.75	963.46596		C ₉₄ H ₃₈ l ₂ N ₃ O ₂₃ P:	± □	SF						
3891	13.00	646.37890		C ₉₄ H ₁₇₃ l ₉ O ₁₈ P:	± □	SF			ll.b			
3892	13.61	643.65098		C ₉₅ H ₂₈ l ₃ N ₁₈ O ₆ P	± □	SF						
3893	14.65	643.15032		C ₉₆ H ₁₉₆ N ₁₅ O ₁₉ P	± □	SF						
3894	14.54	623.80371		C ₉₇ H ₇₅ l ₁₂ O ₁₇ P ₂	± □	SF						
3895	12.21	973.44369		C ₉₈ H ₄₀ l ₃ NO ₁₅ P ₂ :	± □	SF			ll.b			
3896	14.18	565.76203		C ₉₉ H ₄₉ N ₁₀ O ₁₄ P ₃	± □	SF						
3897	12.71	644.98094		C ₁₀₃ H ₄₆ l ₃ O ₉ P ₃ S	± □	SF			ll.b			
3898	13.75	652.72162		C ₁₁₃ H ₁₅₉ N ₁₂ O ₁₁ l	± □	SF			ll.b			
3899	10.18	967.54176		C ₁₂₁ H ₁₆₃ l ₆ P ₂ S	± □	SF			ll.b			
3900	11.50	98.98434	Phosphate	H ₃ O ₄ P	± □	TL SL		Knapsack_DB	ll.b			
3901	11.65	98.98424	Phosphate	H ₃ O ₄ P	± □	TL SL		Knapsack_DB	ll.b			
3902	0.45	158.96401			± □							
3903	0.82	64.97793			± □							




ANALYSE NTS D'UN SOL AGRICOLE

1883 Features annotés avec Metaboscape à l'aide des bases Target List et Spectra libraries

*Feature Table

	RT [...]	m/z meas.	Name	Molecular For...	Ions	Annotations	AQ	Annotation Source	MS/MS	MS/MS score	Flags	5ndF_metabo
1868	16.54	570.54351	Pecipamide,	C ₃₅ H ₇₁ NO ₄	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1869	16.58	407.42497	(E)-2-Dodecyl-hexadec-2-e...	C ₂₈ H ₅₄ O	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1870	16.62	700.64443	Paxillamide,	C ₄₂ H ₈₅ NO ₆	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1871	16.66	355.35672	Tricosanoic acid,	C ₂₃ H ₄₆ O ₂	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1872	16.67	534.48747	N-Palmitoyl-D-erythro-(2S,...	C ₃₄ H ₆₃ NO ₃	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1873	16.70	423.41953	ē_-tocopherol	C ₂₈ H ₅₄ O ₂	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1874	16.67	554.47885	Topostin B-553,	C ₃₃ H ₆₃ NO ₅	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1875	16.66	447.41749	24-Ethyl-4alpha-methyl-ch...	C ₃₀ H ₅₄ O ₂	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1876	16.70	566.51552	(2S, 2'R, 3R, 4E, 8E)-N-2'-hy...	C ₃₅ H ₆₇ NO ₄	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1877	16.72	556.53004	Ceramide (t18:0/16:0)	C ₃₄ H ₆₉ NO ₄	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1878	16.72	512.50612	Cer(d18:0/14:0)	C ₃₂ H ₆₅ NO ₃	+ □	TL SF SL		The used Target List ...				
1879	16.74	582.54591	Symbioramide,	C ₃₆ H ₇₁ NO ₄	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1880	16.76	409.34673	[24(28)Z]-24-Ethylidenecho...	C ₂₉ H ₄₄ O	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1881	16.76	536.50444	erythro-1, 3-Dihydroxy-2-a...	C ₃₄ H ₆₅ NO ₃	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1882	16.79	643.52698	DG(16:1(9Z)/22:4(7Z,10Z,13...	C ₄₁ H ₇₀ O ₅	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1883	16.81	214.91768	2, 3, 5-Trichloro-4-nitropyrr...	C ₄ HCl ₃ N ₂ O ₂	+ □	TL SF		The used Target List ...				
1884	0.40	634.87570		C ₈ H ₁₃ I ₂ N ₈ O ₈ P	+ □	SF						
1885	0.41	566.88876		C ₉ H ₁₇ I ₂ N ₂ O ₈ P	+ □	SF						
1886	0.41	498.90119		C ₈ H ₄ I ₂ N ₈ O ₈ P	+ □	SF						
1887	0.42	430.91386		C ₉ H ₈ I ₂ N ₂ O ₈ P	+ □	SF						

RT [min]	m/z meas.	Ions	MS/MS score	Name	Molecular Formula
11.24	320.15261	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺	999.4	METCONAZOLE	C17H22ClN3O
10.89	308.15276	[M+H] ⁺	999.1	TEBUCONAZOLE	C16H22ClN3O
10.02	292.12127	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺	996.5	CYPROCONAZOLE	C15H18ClN3O
8.13	278.10572	[M+H] ⁺	994.1	METAZACHLOR	C14H16ClN3O
8.02	213.07890	[M+H] ⁺	992.0	CHLOROTOLURON	C10H13ClN2O
8.91	240.07880	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺	988.1	CLOMAZONE	C12H14ClN2O
7.74	212.15062	[M+H] ⁺	985.6	ATRATON	C9H17N5O
11.74	395.08190	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺ , [M-H] ⁻	983.5	DIFLUFENICAN	C19H11F5N2O2
5.32	192.07682	[M+H] ⁺	982.9	CARBENDAZIM	C9H9N3O2
5.61	253.03118	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺	981.5	THIACLOPRID	C10H9ClN4S
10.51	296.02425	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺ , [M+H-H2O] ⁺ , [M-H] ⁻	979.1	DICLOFENAC (sodium salt)	C14H11Cl2NO2
9.00	404.12482	[M+H] ⁺	974.1	AZOXYSTROBIN	C22H17N3O5
9.79	289.21641	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺ , [M+K] ⁺	970.9	TESTOSTERONE	C19H28O2
8.29	222.06964	[M+H] ⁺	969.0	METHABENZTHIAZURON	C10H11N3OS
7.95	204.99298	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺ , [M-H] ⁻	967.7	3,4-DICHLOROPHENYLUREA	C7H6Cl2N2O
10.30	330.08069	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺	961.8	EPOXICONAZOLE	C17H13ClFN3O
4.02	184.11901	[M+H] ⁺	953.8	SIMAZINE HYDROXY	C7H13N5O
4.24	292.02681	[M+H] ⁺ , [M+K] ⁺	952.2	THIAMETHOXAM	C8H10ClN5O3S
11.54	406.07206	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺ , [M+K] ⁺	948.7	DIFENOCONAZOLE	C19H17Cl2N3O3
8.81	226.16637	[M+H] ⁺	947.3	PROMETON	C10H19N5O
10.40	337.12161	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺	936.7	FENBUCONAZOLE	C19H17ClN4
11.02	406.07196	[M+H] ⁺	930.4	DIFENOCONAZOLE	C19H17Cl2N3O3
4.89	277.06443	[M+H] ⁺ , [M-H] ⁻ , [M+Na] ⁺	929.8	SULFABENZAMIDE	C13H12N2O3S
4.29	320.14085	[M+H] ⁺	929.5	NORFLOXACIN	C16H18FN3O3
10.26	270.12565	[M+H] ⁺	928.6	ACETOCHLOR	C14H20ClNO2
10.35	284.14149	[M+H] ⁺	913.0	METOLACHLOR	C15H22ClNO2
8.37	274.25308	[M+H] ⁺	910.7	FENPROPIDIN	C19H31N
11.74	482.97109	[M+Na] ⁺ , [M+K] ⁺ , [M+H] ⁺	910.2	HEXAFLUMURON	C16H8Cl2F6N2O3
9.64	330.08088	[M+H] ⁺	905.8	EPOXICONAZOLE	C17H13ClFN3O
9.22	388.13112	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺	905.7	DIMETHOMORPH	C21H22ClNO4
4.19	277.07625	[M-H] ⁻ , [M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺	904.6	SULFADIMIDINE	C12H14N4O2S
8.59	231.00967	[M-H] ⁻ , [M+Na] ⁺ , [M+H] ⁺	903.1	DIURON	C9H10Cl2N2O
9.06	272.15413	[M+H] ⁺	885.9	METHOPROTRYNE	C11H21N5OS
5.54	311.08118	[M+H] ⁺ , [M-H] ⁻ , [M+Na] ⁺	885.8	SULFADIMETHOXINE	C12H14N4O4S
11.27	376.03838	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺	881.5	PROCHLORAZ	C15H16Cl3N3O2
9.34	249.01949	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺ , [M-H] ⁻	879.5	LINURON	C9H10Cl2N2O2
10.07	242.14345	[M+H] ⁺	878.1	PROMETRYN	C10H19N5S
9.59	388.13111	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺	874.2	DIMETHOMORPH	C21H22ClNO4
3.43	251.05994	[M+H] ⁺ , [M+K] ⁺ , [M+Na] ⁺ , [M-H] ⁻	868.9	SULDAFIAZINE	C10H10N4O2S
4.46	396.15319	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺ , [M+H+H] ²⁺	862.3	ORBIFLOXACINE	C19H20F3N3O3
4.61	212.15044	[M+H] ⁺	840.9	ATRATON	C9H17N5O
11.71	321.90252	[M+H] ⁺	809.8	CHLORPYRIFOS-METHYL	C7H7Cl3NO3PS
12.71	349.93367	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺	792.1	CHLORPYRIFOS	C9H11Cl3NO3PS
4.64	355.99296	[M-H] ⁻ , [M+Cl] ⁻	698.3	FLORFENICOL	C12H14Cl2FNO4S

RT [min]	m/z meas.	Ions	MS/MS score	Name		Molecular Formula
8.23	310.14155	[M+H] ⁺	999.7	S-(+)-Fluoxetine hydrochloride		C17H18F3NO
7.27	276.93674	[M-H] ⁻	999.0	3-Hydroxy-2-iodo-4-methoxybenzaldehyde		C8H7IO3
11.98	265.14756	[M-H] ⁻	998.7	Laurylsulfuric acid		C12H26O4S
5.13	167.06994	[M+H] ⁺	997.2	Acetovanillone		C9H10O3
13.05	293.17865	[M-H] ⁻	997.0	Tetradecylsulfate		C14H30O4S
16.49	730.53745	[M+H] ⁺	996.9	1,2-Dipalmitoleoyl-sn-glycero-3-phosphocholine		C40H76NO8P
2.56	291.07017	[M+Na] ⁺ , [M+H] ⁺ , [M-H] ⁻	996.2	Inosine		C10H12N4O5
0.49	118.08631	[M+H] ⁺	996.1	Betaine		C5H11NO2
7.01	118.08611	[M+H] ⁺	996.1	Betaine		C5H11NO2
12.99	325.18385	[M-H] ⁻	996.1	Dodecylbenzenesulfonic acid		C18H30O3S
3.17	268.10420	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺ , [M-H] ⁻	995.9	Adenosine		C10H13N5O4
3.16	195.12220	[M+H] ⁺	995.2	Tetraethylene glycol		C8H18O5
5.06	163.04021	[M-H] ⁻ , [M+H] ⁺	995.1	p-Coumaric acid		C9H8O3
6.90	111.04409	[M+H] ⁺ , [M+H-H2O] ⁺	994.1	Resorcinol		C6H6O2
1.31	104.10698	[M+H] ⁺	989.9	Choline		C5H13NO
6.15	207.06842	[M+H] ⁺	989.6	Dimethyl 3,3'-thiodipropionate		C8H14O4S
8.57	263.91607	[M-H] ⁻	989.3	4-Iodo-2-nitrophenol		C6H4INO3
2.67	151.09603	[M+H] ⁺	989.1	Triethylene glycol		C6H14O4
15.45	338.34174	[M+H] ⁺ , [M+Na] ⁺ , [M+K] ⁺	988.4	13Z-Docosenamide		C22H43NO
1.47	284.09918	[M+H] ⁺	985.6	Guanosine		C10H13N5O5
2.53	129.01991	[M-H] ⁻	984.3	Itaconic acid		C5H6O4
1.47	284.09918	[M+H] ⁺	985.6	Guanosine		C10H13N5O5
2.53	129.01991	[M-H] ⁻	984.3	Itaconic acid		C5H6O4
12.37	318.30057	[M+H] ⁺	982.6	4-Hydroxysphinganine		C18H39NO3
2.92	268.10419	[M+H] ⁺	982.2	Adenosine		C10H13N5O4
10.64	324.07772	[M-H] ⁻	982.0	Arcyriaflavin A		C20H11N3O2



CONCLUSION

- Combinaison entre la collecte d'échantillons de sols et les analyses ciblées et non ciblées à l'aide d'un outil de screening QTOF MS est une méthode puissante et efficace pour le suivi de l'évolution de la qualité des sols

- Le logiciel Tasq permet le screening rapide d'extraits de sols pour l'identification et la quantification de composés « inconnus connus » à l'aide de bases de données de plus de 3000 composés organiques

- Le logiciel Metaboscape permet l'identification de « vrais inconnus » en utilisant des outils d'analyses et des algorithmes de traitements de données

INRAE



MERCI DE VOTRE
ATTENTION

