

## **APPENDIX 5**

### **Analytical results on PCDDs/PCDFs**

Essai CAR/05-0087 : Echantillon 05-00549 -2

Analyse de PCDDs/PCDFs

Client : LES DERIVES RESINIQUES ET TERPENIQUES  
Référence client : STEROLS lot 030661 - stérols

Date : 10/02/2005  
Fichier : 7FEBD



Date marquage avant extraction : 18/01/2005  
Date marquage avant purification : 03/02/2005  
Date marquage avant HGRC/HRMS : 07/02/2005  
Date injection : 07/02/2005

Matière brute analysée (g) : 2

	I-TEF OMS (1997)	pg par extrait	ng par kg	LoD pg par extrait	LoD ng par kg	Taux de réapparition %
Tetrachlorodibenzodioxines		0,79	0,40			
Pentachlorodibenzodioxines		1,14	0,57			
Hexachlorodibenzodioxines		1,89	0,94			
Heptachlorodibenzodioxines		4,27	2,14			
Octachlorodibenzodioxine	0,0001	14,72	7,36			44
Somme Tetra- to Octachlorodibenzodioxines		22,8	11,4			
Tetrachlorodibenzofuranes		1,90	0,95			
Pentachlorodibenzofuranes		3,03	1,51			
Hexachlorodibenzofuranes		2,74	1,37			
Heptachlorodibenzofuranes		2,28	1,14			
Octachlorodibenzofurane	0,0001	1,88	0,94			38
Somme Tetra- to Octachlorodibenzofuranes		11,8	5,9			
2,3,7,8-Tetrachlorodibenzodioxine	1	nd	nd	0,09	0,04	73
1,2,3,7,8-Pentachlorodibenzodioxine	1	nd	nd	0,25	0,13	82
1,2,3,4,7,8-Hexachlorodibenzodioxine	0,1	0,19	0,09			102
1,2,3,6,7,8-Hexachlorodibenzodioxine	0,1	0,29	0,15			90
1,2,3,7,8,9-Hexachlorodibenzodioxine	0,1	0,24	0,12			
1,2,3,4,6,7,8-Heptachlorodibenzodioxine	0,01	2,98	1,49			66
2,3,7,8-Tetrachlorodibenzofurane	0,1	0,14	0,07			72
1,2,3,7,8-Pentachlorodibenzofurane	0,05	0,09	0,04			89
2,3,4,7,8-Pentachlorodibenzofurane	0,5	0,27	0,14			73
1,2,3,4,7,8-Hexachlorodibenzofurane	0,1	0,50	0,25			75
1,2,3,6,7,8-Hexachlorodibenzofurane	0,1	0,36	0,18			82
2,3,4,6,7,8-Hexachlorodibenzofurane	0,1	0,35	0,18			88
1,2,3,7,8,9-Hexachlorodibenzofurane	0,1	nd	nd	0,11	0,05	71
1,2,3,4,6,7,8-Heptachlorodibenzofurane	0,01	1,97	0,99			81
1,2,3,4,7,8,9-Heptachlorodibenzofurane	0,01	0,31	0,16			55
37Cl-2,3,7,8-TCDD						74
I-TEQ en pg par extrait		0,40				

n.c. = donnée non communiquée  
nd = non détecté  
M.G. = Matière Grasse  
LoD = Limite de détection  
extrait = Matière grasse totale

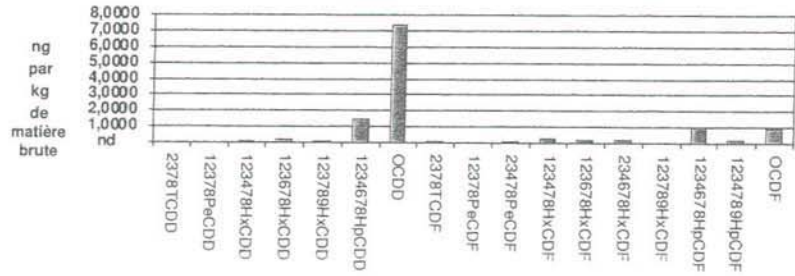
Résultats I-TEQ totaux

ng / kg  
de matière brute :

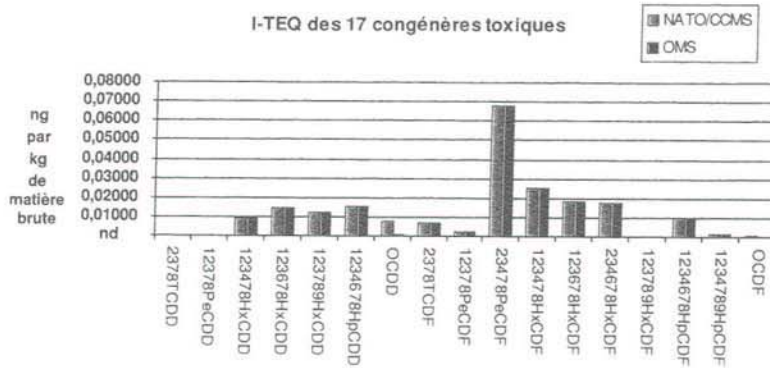
Total I-TEQ; nd = 0 (lower bound)	0,20
Total I-TEQ; nd = LoD (upper bound)	0,38
OMS	

Essai : CAR/05-0087  
 Echantillon : 05-00549 -2

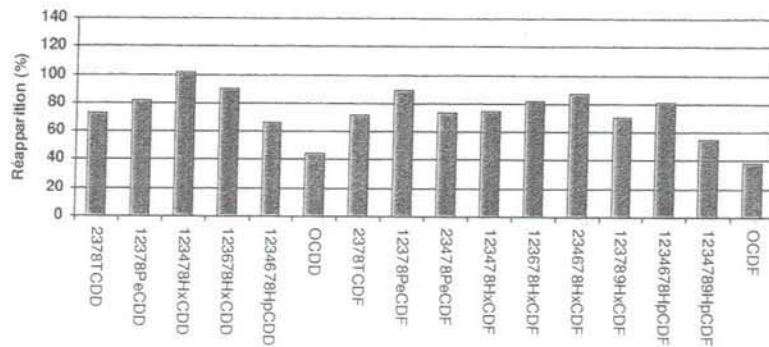
Concentration des 17 congénères toxiques



I-TEQ des 17 congénères toxiques



Taux de réapparition des homologues 13C



## **APPENDIX 6**

### **PAH (polycyclic aromatic hydrocarbons): analytical results**

**RAPPORT D'ANALYSE**

D.R.T  
Mr. DUBOSCQ

Laboratoire

40560 VIELLE SAINT GIRONS

Copie des résultats à :

D.R.T

N° de Dossier : 005925  
N° Echantillon : 1  
Page N° : 1 / 1

**Dénomination de l' échantillon :**

Echantillon	Lor 011575
Lieu de prélèvement	Vielle St Girons
Nature de l'échantillon	Sterols
Prélèvement assuré par	le client le 4/06/03
Date réception au laboratoire	10/06/03
Demandeur de l'analyse	Autocontrôle

**COMPOSES ORGANIQUES DIVERS**

**Hydrocarbures Poly-Aromatiques (HPA)**

Acenaphtène.....	< 10 µg/kg
Acénaphthylène.....	< 10 µg/kg
Anthracène.....	< 10 µg/kg
Benzo(a)Pyrène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Benzo(b)Fluoranthène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Benz(a)anthracène.....	< 10 µg/kg
Benzo(g,h,i)Perylène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Benzo(k)Fluoranthène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Chrysène.....	< 10 µg/kg
Dibenz(a,h)anthracène.....	< 10 µg/kg
Fluoranthène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Fluorène.....	< 10 µg/kg
Indéno(1,2,3-c,d)Pyrène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Naphtalène.....	< 40 µg/kg
Phénanthrène.....	< 10 µg/kg
Pyrène.....	< 10 µg/kg

à Lagor, le 8/07/03

F. PEYNOT

J. BONTE

Directeur Adjoint

Directeur

**RAPPORT D'ANALYSE**

D.R.T  
Mr. DUBOSCQ

Laboratoire

40560 VIELLE SAINT GIRONS

Copie des résultats à :

D.R.T

N° de Dossier : 005925  
N° Echantillon : 2  
Page N° : 1 / 1

**Dénomination de l' échantillon :**

Echantillon	Lot 11104
Lieu de prélèvement	Vielle St Girons
Nature de l'échantillon	Sterols
Prélèvement assuré par	le client le 4/06/03
Date réception au laboratoire	10/06/03
Demandeur de l'analyse	Autocontrôle

**COMPOSES ORGANIQUES DIVERS**

**Hydrocarbures Poly-Aromatiques (HPA)**

Acénaphène.....	< 10 µg/kg
Acénaphthylène.....	< 10 µg/kg
Anthracène.....	< 10 µg/kg
Benzo (a) Pyrène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Benzo (b) Fluoranthène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Benz (a) anthracène.....	< 10 µg/kg
Benzo (g,h,i) Perylene (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Benzo (k) Fluoranthène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Chrysène.....	< 10 µg/kg
Dibenz (a,h) anthracène.....	< 10 µg/kg
Fluoranthène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Fluorène.....	< 10 µg/kg
Indéno (1,2,3-c,d) Pyrène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Naphtalène.....	< 40 µg/kg
Phénanthrène.....	< 10 µg/kg
Pyrène.....	< 10 µg/kg

à Lagor, le 8/07/03

F. PEYNOT

J. BONTE

Directeur Adjoint

Directeur

**RAPPORT D'ANALYSE**

D.R.T  
Mr. DUBOSCQ

Laboratoire

40560 VIELLE SAINT GIRONS

Copie des résultats à :

D.R.T

N° de Dossier : 005925  
N° Echantillon : 1  
Page N° : 1 / 1

**Dénomination de l' échantillon :**

Echantillon	Lor 011575
Lieu de prélèvement	Vielle St Girons
Nature de l'échantillon	Sterols
Prélèvement assuré par	le client le 4/06/03
Date réception au laboratoire	10/06/03
Demandeur de l'analyse	Autocontrôle

**COMPOSES ORGANIQUES DIVERS**

**Hydrocarbures Poly-Aromatiques (HPA)**

Acenaphtène.....	< 10 µg/kg
Acénaphthylène.....	< 10 µg/kg
Anthracène.....	< 10 µg/kg
Benzo(a)Pyrène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Benzo(b)Fluoranthène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Benz(a)anthracène.....	< 10 µg/kg
Benzo(g,h,i)Perylène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Benzo(k)Fluoranthène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Chrysène.....	< 10 µg/kg
Dibenz(a,h)anthracène.....	< 10 µg/kg
Fluoranthène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Fluorène.....	< 10 µg/kg
Indéno(1,2,3-c,d)Pyrène (NF T 90-115).....	< 10 µg/kg
Naphtalène.....	< 40 µg/kg
Phénanthrène.....	< 10 µg/kg
Pyrène.....	< 10 µg/kg

à Lagor, le 8/07/03

F PEYNOT

J BONTE

Directeur Adjoint

Directeur

## **APPENDIX 7**

### **Herbicides and other contaminants**



Société : LABORATOIRE DE CONTRÔLE DRT  
Mr JOBARD  
40560 VIEILLE ST GIRONS

Produit : BÊTA SITOSTEROL LOT 038870  
N/Réf : C0503653

RECHERCHE DE RESIDUS DE PRODUITS  
PHYTOSANTAIRES  
SELON LA PHARMACOPEE EUROPEENNE (2.8.13)

Toulouse, le 11 mai 2005

**Introduction :**

A la demande du **LABORATOIRE DE CONTRÔLE DRT** nous avons procédé aux différents dosages prévus par la Pharmacopée Européenne (selon 2.8.13) sur l'échantillon **BÊTA SITOSTEROL LOT 038870 (N/Réf : C0503653)**.

Pour réaliser ces recherches nous avons reçu le **24 mars 2005** un échantillon dans un **flacon en plastique** représentant un poids total d'environ **830 grammes**.

La totalité de l'échantillon a été identifiée sous la référence **C0503653**. Son archivage est réalisé dans un local à température contrôlée pour une durée de deux mois.

### 1 - Authentification de l'étude et des résultats

Je soussigné B. CHIRON, expert analyste, certifie que :

- L'expérimentation, objet du présent rapport a été réalisée sous ma responsabilité en tant que responsable du département pesticides-polluants du Laboratoire LARA EUROPE ANALYSES et chargé de l'étude.
- Cette étude a été intégralement effectuée dans les locaux de LARA EUROPE ANALYSES (31025 Toulouse Cedex 3).
- Tous les documents relatifs à cet essai sont archivés sous la référence C0503653.
- Le protocole expérimental suivi est basé sur la Pharmacopée Européenne (selon 2.8.13) relative à la recherche des résidus de produits phytosanitaires dans les plantes médicinales.

B. CHIRON

P. 0 2. Pages  


## 2 - Protocole expérimental

Les recherches, conduites entre le **24 mars 2005** et le **11 mai 2005**, ont été réalisées sur la base des protocoles décrits dans la Pharmacopée Européenne (selon 2.8.13).

Les matières actives recherchées sont les suivantes :

### *INSECTICIDES ORGANOCHLORES :*

*Chlordane (isomères cis, trans et oxychlordane) DDT et ses isomères (o.p' et p.p' DDT, p.p' DDE, p.p' TDE), Aldrine, Dieldrine, Endrine, Heptachlore, Heptachlore époxyde, Hexachlorocyclohexane (HCH) isomères  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  (lindane) et  $\delta$ .*

### *INSECTICIDES ORGANOPHOSPHORES :*

*Chlorfenvinphos, Chlorpyriphos éthyl, Chlorpyriphos méthyl, Diazinon, Dichlorvos, Féntrothion, Fonofos, Malathion, Méthidathion, Parathion, Parathion méthyl, Phosalone, Pyrimiphos éthyl.*

### *PYRETHRINOIDES*

*Cyperméthrine (+ isomères), Deltaméthrine, Fenvalerate, Perméthrine.*

### *AUTRES INSECTICIDES, ACARICIDES*

*Bromopropylate, Endosulfan  $\alpha$ ,  $\beta$  et sulfate, Pyréthrines.*

### *FONGICIDES*

*Dithiocarbamates, Hexachlorobenzène, Quintozène.*

### *HERBICIDES*

*Alachlore.*

### *AUTRE COMPOSE*

*Pipéronyl butoxyde*

## 3 - Résultats

(teneurs exprimées par rapport à l'échantillon reçu en l'état).

Substance	Tolérance en mg/kg	Résultat
Alachlore	0.02	Non dosable
Aldrine and Dieldrine (somme de )	0.05	Conforme
Azinfos-méthyle	1.0	Conforme
Bromopropylate	3.0	Conforme
Chlordane (somme des isomères cis, trans et oxychlordane)	0.05	Conforme
Chlorfenvinphos	0.5	Conforme
Chlorpyrifos	0.2	Conforme
Chlorpyrifos-méthyle	0.1	Conforme
Cyperméthrine (et isomères)	1.0	Conforme
DDT (somme de p,p' DDT, o,p' DDT, p,p' DDE et p,p' TDE )	1.0	Conforme
Deltaméthrine	0.5	Conforme
Diazinon	0.5	Conforme
Dichlorvos	1.0	Conforme
Dithiocarbamates (en CS <sub>2</sub> )	2.0	Conforme
Endosulfan (somme des isomères et d'endosulfan sulfate)	3.0	Conforme
Endrine	0.05	Conforme
Ethion	2.0	Conforme
Fenitrothion	0.5	Conforme
Fenvalerate	1.5	Conforme
Fonofos	0.05	Conforme
Heptachlore (somme d'heptachlore et d'heptachlore-epoxyde)	0.05	Conforme
Hexachlorobenzène	0.1	Conforme
Hexachlorocyclohexane-Isomères (autres que $\gamma$ )	0.3	Conforme
Lindane ( $\gamma$ -Hexachlorocyclohexane)	0.6	Conforme
Malathion	1.0	Conforme
Méthidathion	0.2	Conforme
Parathion	0.5	Conforme
Parathion-méthyle	0.2	Conforme
Perméthrine	1.0	Conforme
Phosalone	0.1	Conforme
Pipéronyl butoxyde	3.0	Non dosable
Pyrimiphos-méthyle	4.0	Conforme
Pyréthrines (somme des)	3.0	Conforme
Quintozone (somme de quintozone, pentachloroaniline et méthylpentachlorophénylsulfure)	1.0	Conforme

#### 4 - Commentaires

L'échantillon **BÊTA SITOSTEROL LOT 038870** ne contient pas de résidus de produits phytosanitaires à des teneurs supérieures à celles définies par la Pharmacopée Européenne (2.8.13).

Les dosages **d'alachlore et pipéronyl butoxide** n'ont pu atteindre la limite de conformité à cause de la présence d'interférences. En effet, après purification de l'extrait de **BÊTA SITOSTEROL LOT 038870** sur colonne en phase normale, le dosage **d'alachlore et pipéronyl butoxide** (par Chromatographie Liquide Haute Performance équipé de détecteurs de masse LC/MS) présente des incohérences par rapport au spectre de masse **d'alachlore et pipéronyl butoxide**. Ces incohérences indiquent la présence d'interférences liées à la matrice. Ces interférences naturelles ne nous permettent pas les dosages **d'alachlore et pipéronyl butoxide** conformément aux exigences la Pharmacopée Européenne (2.8.13).

#### 5 - Conclusion

Les recherches effectuées sur l'échantillon **BÊTA SITOSTEROL LOT 038870** (N/Réf : **C0503653**) nous permettent de conclure à la conformité de l'échantillon analysé vis à vis des limites maximales en résidus de produits phytosanitaires proposées par la Pharmacopée Européenne (2.8.13).

Les dosages **d'alachlore et pipéronyl butoxide** n'ont pu être dosés conformément à la limite (présence d'interférences).

E. Pillaud  


C. ETIENNE

Contrôle Qualité

PITOSTEROLES  
L. 038871  
REF. R553/05

5021923  
REF. A873751

Toma de muestra : 02-06-2005

#### TRATAMIENTO DE MUESTRAS

Extracción de 20 g. de muestra con 3x50 mL. de diclorometano. Purificación del extracto por GPC (EPA 3640). Evaporación del extracto y enrase a 500 uL. con 1 ng/uL. de patrón interno. Inyección de 1 uL. en el sistema HRGC-MS.



Laboratorio de Análisis, S.A. C/Provenza, 3 2234 - 08037 Barcelona - Inscripció nº 46 R.M. BARCELONA, F.05/06, L. 4828, SECC. 21, F. 164, N. 60502, INSCRIP. Nº. C.I.F. A-08-020918

**ORGANOCOLORADOS: A873751**

ETRIDIAZOLE	<50
CHLORONEB	<50
PROPACHLOR	<50
TRIFLURALIN	<50
A-HCH	<50
HCB	<50
DICHLORAN	<50
QUINTOZENE	<50
B-HCH	<50
G-HCH	<50
CHLOROTHALONIL	<50
D-HCH	<50
HEPTACHLOR	<50
ALDRIN	<50
DOPA	<50
DICOFOL	<50
ISODRIN	<50
HEPTACHLOR EPOXIDE	<50
CAPTAN	<50
G-CHLORDANE	<50
ENDOSULFAN I	<50
A-CHLORDANE	<50
T-NONACHLOR	<50
PP'DDE	<50
DIELDRIN	<50
ENDRIN	<50
PERTHANE	<50
ENDOSULFAN II	<50
CHLOROBENZILATE	<50
CIS-NONACHLOR	<50
PP-DDD	<50
ENDRIN ALDEHYDE	<50
ENDOSULFAN SULFATE	<50
PP-ODT	<50
ENDRIN KETONE	<50
METHOXYCHLOR	<50
MIREX	<50
CIS-PERMETHRIN	<50
TRANS-PERMETRIN	<50



 laboratorio de análisis  
**DR. ECHEVARNE**



ORGANOFOSFORADOS: A873751

DICHLORVOS	<50
MEVINPHOS	<50
DEMETON S	<50
ETHOPROP	<50
NALED	<50
SULFOTEP	<50
PHORATE	<50
DIMETHOATE	<50
DEMETON O	<50
DIOXATHION	<50
TERBUFOS	<50
DIAZINON	<50
DISULFOTON	<50
METYL PARATHION	<50
FENCHLORPHOS	<50
MALATHION	<50
CLORPYRIFOS-ETIL	<50
FENTHION	<50
PARATHION ETHYL	<50
TRICLORONATE	<50
CHLORFENVINPHOS	<50
MERPHOS	<50
TETRACHLORVINPHOS	<50
TOKUTHION	<50
FENSULFOTHION	<50
ETHION	<50
SULPROFOS	<50
FAMPHUR	<50
CARBOPHENOTON	<50
PHOSMET	<50
EPN	<50
LEPTOPHOS	<50
AZINPHOS METHYL	<50
AZINPHOS ETHYL	<50
COUMAPHOS	<50

LABORATORIO DE ANALISIS - ESPECIALIDAD EN RM, DANVA, T-SOX, L-ABE, SECC. 2ª F. 164, N. 6352, INSCRIP. 1ª, C.I.F.A. 08-628948

La identificación de los compuestos detectados esta basada en la coincidencia con los tiempos de retención relativos al patrón interno utilizado.

Barcelona 30.06.05  
  
**Laboratorio**  
**DR. F. ECHEVARNE**  
 análisis, s. s.

**laboratorio de análisis**  
**DR. ECHEVARNE**



**FITOSTEROLES**  
L. 038871  
REF. R553/05

5021923  
REF. A873751

Toma de muestra : 02-06-2005

**TRATAMIENTO DE MUESTRAS**

Extracción de 20 g. de muestra con 3x50 mL. de diclorometano. Purificación del extracto por GPC (EPA 3640). Evaporación del extracto y enrase a 500 uL. con 1 ng./uL. de patrón interno. Inyección de 1 uL. en el sistema HRGC-MS.

**PIRETRINAS:**

Propethanphos	<50
Tetramethrin	<50
Cyhalothrin	<50
Permethrin	<50
Ciflutrin	<50
Cypermethrin	<50
Fenvalerate	<50
Deltamethrin	<50

Barcelona 30.06.05

**LABORATORIO**  
**DR. ECHEVARNE**  
análisis, s. a.