

**Arrêté du gouvernement wallon allouant une subvention au Groupement
d'Intérêt Scientifique wallon de Référence pour la qualité des EAUX
(GISREAUX)**

**RECHERCHE DE PERTURBATEURS ENDOCRINIENS ET D'AUTRES
SUBSTANCES D'INTÉRÊT RÉCENT DANS LES EAUX EN VUE DE LA
PROTECTION DE LA SANTE PUBLIQUE ET DE L'ENVIRONNEMENT**

PROGRAMME DE RECHERCHE « BIODIEN »

ANNEXE 10

**RESULTATS POUR LES TESTS DE SCREENING
ER-CALUX**

Rapport N° : 2018-01690

Cette annexe contient 2 rapports

Rapport d'essai n°1 (version n°2) concernant l'analyse d'échantillons d'eau par la méthode CALUX (ER et AR) dans le cadre du projet BIODIEN à la demande de Madame Carole CHALON (ISSeP)

Référence : bon de commande numéro 151686

Date de rédaction du rapport : 22 janvier 2016

Période d'analyse des échantillons : 1/12/2015 au 15/12/2015 et 04/01 au 09/01/2016

1. Echantillons soumis à l'analyse

Date de réception	Nature de l'échantillon et référence de l'échantillon	Analyses demandées
10/11/2015	- 400 (11/08/15) - 2280 (11/08/2015) - 12409 (19/08/2015) - 3960 (25/08/2015) - 1670 (01/09/2015) - 4130 (15/09/2015) - 3621 (23/09/2015) - 5720 (29/09/2015) - Blanc eau (EDS) - Contrôle E2 (10 ng/L) - Contrôle DHT (10 µg/L)	Analyse CALUX (ER et AR) pour les activités agonistes et antagonistes

Informations fournies par le demandeur : 2 litres d'eau ont été concentrés dans 100 µL de DMSO. Nous avons reçu 50 µL de cet extrait.

2. Méthodologie

Les échantillons ont été analysés au moyen du test cellulaire CALUX-ER et CALUX-AR (cellules MCF7 et T47-D, respectivement, génétiquement modifiées avec le gène de luciférase de luciole comme gène rapporteur, sous le contrôle d'un élément de réponse au récepteur des hormones oestrogènes et androgènes, respectivement).

Test de l'activité agoniste : les cellules ont été exposées durant 24h (ER) ou 48h (AR) à 5 dilutions de chaque échantillon (extrait non dilué et 4 dilutions semi-logarithmiques).

Test de l'activité antagoniste : les cellules ont été exposées durant 24h (ER) ou 48h (AR) à ces mêmes dilutions de chaque échantillon en présence d'une concentration en E2 (17β-oestradiol) ou en DHT (dihydrotestostérone) correspondant à l'EC50.

Dans les deux cas, la concentration finale en DMSO dans le milieu de culture était de 0,4%.

Le contrôle positif E2 a été testé dilué 160 fois et 320 fois, et le contrôle positif DHT a été testé dilué 1000 fois et 2000 fois. Le blanc de procédure a été testé non dilué.

Chaque solution a été testée en triple (test réalisé en plaques 96 puits).

Une courbe de calibration en E2 ou DHT (pour les tests d'activité agoniste) ou en ICI (fluvestrant) ou flutamide (pour les tests d'activité antagoniste) a été réalisée sur chaque plaque.

Quartier Vallée 2, Avenue de Cureghem 10 (Bât B43b), 4000 LIEGE

Tél. : 32 4 366 40 46 – Fax : 32 4 366 40 44

Email : @ulg.ac.be - Website : <http://www.dda.ulg.ac.be>

Résultats

Les cellules exposées aux extraits d'échantillons d'eau non dilués, dilués 3 fois et dilués 10 fois ont montré de la cytotoxicité observable au microscope.

Dans le test ER-CALUX, l'extrait dilué 30 fois n'a pas montré de cytotoxicité observable au microscope, mais la concentration mesurée (ramenée en ng eq. E2 / litre d'eau) avec cette dilution était inférieure à la concentration mesurée à la dilution 100 fois, ce qui semble indiquer une légère cytotoxicité à cette dilution également.

Le tableau ci-dessous reprend les conclusions concernant les activités agonistes et antagonistes des extraits d'échantillon d'eau vis-à-vis du récepteur ER.

Pour l'activité agoniste vis-à-vis du récepteur ER, le tableau reprend une estimation du contenu en équivalents E2 (en ng/litre d'eau) calculé à partir du résultat obtenu pour la dilution 100 fois de l'extrait.

Pour l'activité agoniste vis-à-vis du récepteur AR, le tableau reprend une estimation du contenu en équivalents DHT (en ng/litre d'eau) calculé à partir du résultat obtenu pour la plus grande dilution (indiquée entre parenthèse) donnant une réponse calculable. Cette concentration en équivalents DHT est donnée à titre indicatif étant donné la cytotoxicité des extraits non dilués et dilués 3 fois et 10 fois.

Pour l'activité antagoniste (vis-à-vis de ER ou AR), un « + » indique une possible légère activité antagoniste (mais à considérer avec prudence étant donné la cytotoxicité des extraits) tandis qu'un « - » indique que l'extrait n'induit pas d'activité antagoniste.

Echantillon	ER-CALUX		AR-CALUX	
	Activité agoniste ng/L équivalents E2	Activité antagoniste	Activité agoniste ng/L équivalents DHT	Activité antagoniste
400 (11/08/15)	1,6	-	192 (dil 1/10)	-
2280 (11/08/2015)	1,2	-	19 (dil 1/3)	-
12409 (19/08/2015)	0,3	-	3 (dil 1/1)	-
3960 (25/08/2015)	-	+	-	?
1670 (01/09/2015)	0,8	-	11 (dil 1/3)	-
4130 (15/09/2015)	0,4	-	1 (dil 1/1)	-
3621 (23/09/2015)	0,6	-	-	-
5720 (29/09/2015)	1,2	-	15 (dil 1/3)	-

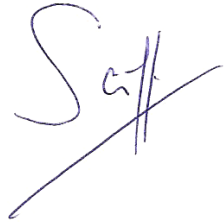
« - » = pas d'activité détectée ; « + » = activité détectée ; « ? » : interprétation difficile en raison de la cytotoxicité

Les **annexes 1 et 2** montrent respectivement le tableau des données brutes et calculées et les figures indiquant les courbes de calibration et les résultats obtenus pour chaque extrait.

Le blanc de procédure a été analysé sur 4 plaques différentes dans les tests d'activités agonistes et 2 plaques différentes dans les tests d'activités antagonistes ER. Aucune activité agoniste ou antagoniste n'a été observée pour le blanc de procédure, ainsi qu'aucune cytotoxicité.

Le résultat moyen obtenu pour les contrôle E2 et DHT, analysés 4 fois, est de $9,1 \pm 2,4$ ng/L (E2) et 23 ± 8 µg/L (DHT : résultat surestimé !).

Liège, le 22 janvier 2016

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'Scippo', with a long horizontal stroke extending from the bottom of the 'p'.

Marie-Louise Scippo
Responsable du laboratoire d'analyse des denrées alimentaires

Annexe 1 : tableau de données

		ER-CALUX					AR-CALUX						
Echantillon/dilution		Activité agoniste				Activité antagoniste		Activité agoniste				Activité antagoniste	Cytotoxicité observable au microscope
		Réponse relative (%)	Conc en Eq. E2 (pg/puits)	Conc en Eq. E2 (ng/l)		Réponse relative (%)		Réponse relative (%)	Conc en Eq. DHT (pg/puits)	Conc en Eq. DHT (ng/l)		Réponse relative (%)	
Plaque 1													
	Blanc	1,7	0,03	0,002		95,2		1,0	na	na		nd	non
	Contrôle dil 1	37,6	0,42	8,3		nd		34,6	151	18875		nd	non
	Controle dil 2	57,1	0,97	9,7		nd		46,4	269	16825		nd	non
	400 1/100	27,1	0,26	1,6		94,3		0,1	na	na		87,5	non
	400 1/30	36,2	0,39	0,7		88,3		7,6	na	na		144,6	non
	400 1/10	26,1	0,24	0,2		33,2		49,3	307	192		243,2	oui
	400 1/3	-6,9	na	na		-28,6		nd	nd	nd		262,5	oui
	400 1/1	-26,3	na	na		-57,1		35,6	159	10		76,1	oui
	2280 1/100	20,7	0,18	1,2		77,9		-1,8	na	na		54,6	non
	2280 1/30	39,6	0,45	0,8		96,8		-0,9	na	na		72,2	non
	2280 1/10	38,7	0,44	0,3		63,2		2,5	na	na		83,1	oui
	2280 1/3	4,8	0,05	0,01		-8,2		24,3	102	19		119,7	oui
	2280 1/1	-23,9	na	na		-53,4		44,2	311	19		83,9	oui

Plaque 2									
Blanc	3,3	0,03	0,002	88,3	-0,4	na	na	88,3	non
Contrôle dil 1	22,2	0,27	5,4	nd	34,4	193	24087	nd	non
Controle dil 2	55,3	1,32	13,2	nd	45,7	333	20788	nd	non
12409 1/100	5,4	0,05	0,3	88,4	0,2	na	na	77,1	non
12409 1/30	9,4	0,09	0,2	73,5	-0,2	na	na	87,7	non
12409 1/10	5,4	0,05	0,03	32,5	1,7	na	na	66,1	oui
12409 1/3	-11,3	na	na	-16,4	6,7	na	na	69,3	oui
12409 1/1	-30,4	na	na	-52,9	19,5	50	3	50,7	oui
3960 1/100	-1,7	na	na	64,5	-0,4	na	na	72,0	non
3960 1/30	-6,0	na	na	33,6	-1,4	na	na	53,7	non
3960 1/10	-15,3	na	na	-16,3	-0,2	na	na	23,4	oui
3960 1/3	-25,3	na	na	-43,6	1,1	na	na	5,5	oui
3960 1/1	-33,4	na	na	-60,4	6,5	na	na	14,2	oui
Plaque 3									
Blanc	1,9	0,03	0,002	nd	0,2	na	na	nd	non
Contrôle dil 1	37,0	0,47	9,336	nd	39,5	133	16564	nd	non
Controle dil 2	54,1	0,96	9,595	nd	53,5	246	15396	nd	non
1670 1/100	13,6	0,13	0,8	97,8	0,9	na	na	132,5	non
1670 1/30	31,2	0,36	0,7	80,2	1,1	na	na	144,0	non
1670 1/10	32,5	0,38	0,2	49,0	4,0	na	na	30,9	oui
1670 1/3	5,6	0,06	0,01	-13,2	24,0	56	11	nd	oui
1670 1/1	-22,1	na	na	-49,3	29,1	78	5	60,4	oui
4130 1/100	7,5	0,07	0,4	79,5	-1,0	na	na	144,1	non
4130 1/30	11,6	0,11	0,2	79,8	-0,3	na	na	115,3	non
4130 1/10	9,7	0,09	0,1	43,8	0,1	na	na	121,4	oui
4130 1/3	-13,6	na	na	-21,3	1,6	na	na	79,8	oui
4130 1/1	-24,6	na	na	-43,8	13,1	19	1	10,5	oui

Plaque 4									
Blanc	2,9	0,001	0,00004	nd	-0,2	na	na	nd	non
Contrôle dil 1	37,6	0,33	6,5	nd	33,2	313	39125	nd	non
Contrôle dil 2	67,7	1,10	11,0	nd	41,8	477	29813	nd	non
3621 1/100	16,0	0,09	0,6	94,5	0,0	na	na	89,1	non
3621 1/30	16,7	0,10	0,2	82,7	-1,1	na	na	125,6	non
3621 1/10	14,7	0,08	0,1	71,8	-0,4	na	na	76,4	oui
3621 1/3	9,0	0,04	0,01	14,4	0,4	na	na	105,9	oui
3621 1/1	-12,2	na	na	-28,3	5,1	na	na	60,9	oui
5720 1/100	27,1	0,20	1,2	75,0	1,0	na	na	64,0	non
5720 1/30	44,9	0,44	0,8	80,5	0,2	na	na	128,8	non
5720 1/10	41,8	0,39	0,2	56,0	2,2	na	na	131,6	oui
5720 1/3	6,2	0,02	0,004	-14,7	16,3	79	15	99,4	oui
5720 1/1	0,4	na	na	-24,9	nd	nd	nd	109,8	oui
Contrôles E2/DHT *									
Contrôle dil 1-1			8,3				18875		
Contrôle dil 2-2			9,7				16825		
Contrôle dil 1-1			5,4				24087		
Contrôle dil 2-2			13,2				20788		
Contrôle dil 1-1			9,3				16564		
Contrôle dil 2-2			9,6				15396		
Contrôle dil 1-1			6,5				39125		
Contrôle dil 2-2			11,0				29813		
Moyenne			9,1				22684		
SD			2,4				8160		
RSD			27%				36%		

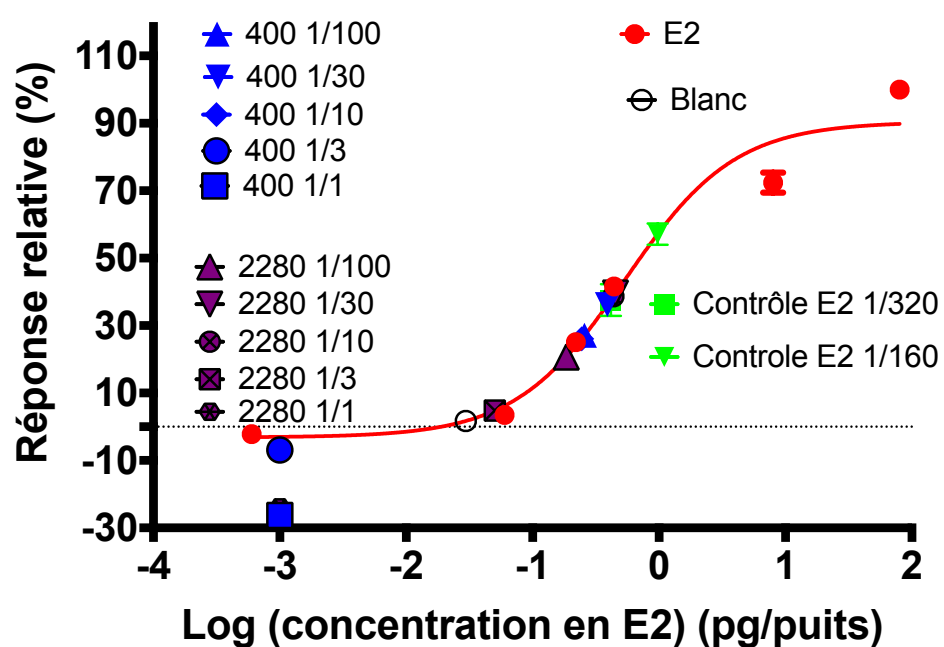
* Contrôles E2 (eau dopée avec 10 ng/L de E2) : dilution 1 = dilution 320 fois et dilution 2 = dilution 160 fois

* Contrôles DHT (eau dopée avec 10 microgrammes/L de DHT): dilution 1 = dilution 2000 fois et dilution 2 = dilution 1000 fois

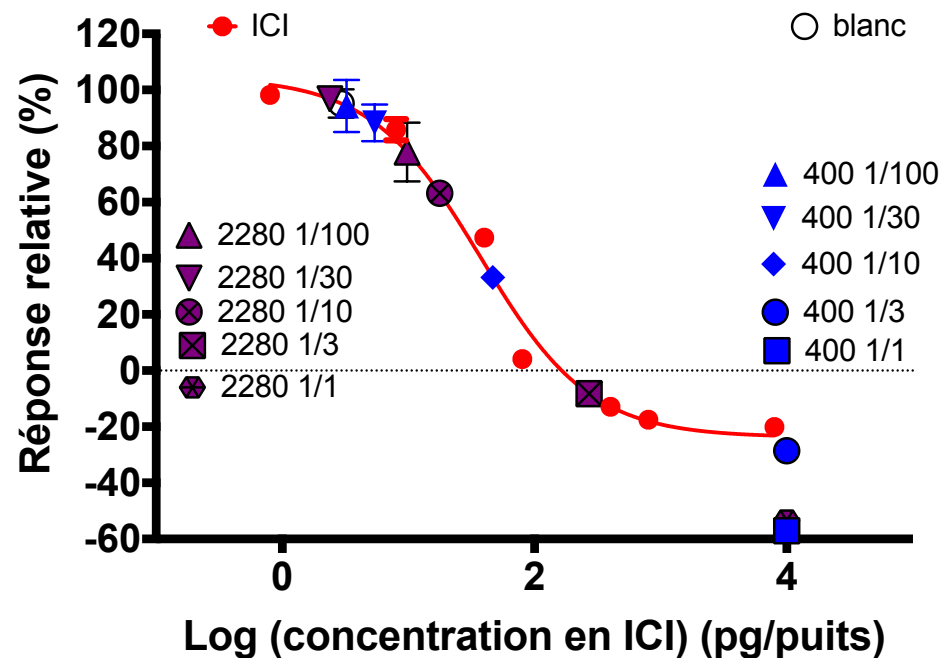
na = non applicable (non calculable car hors des limites de la courbe de calibration)

nd = non déterminé

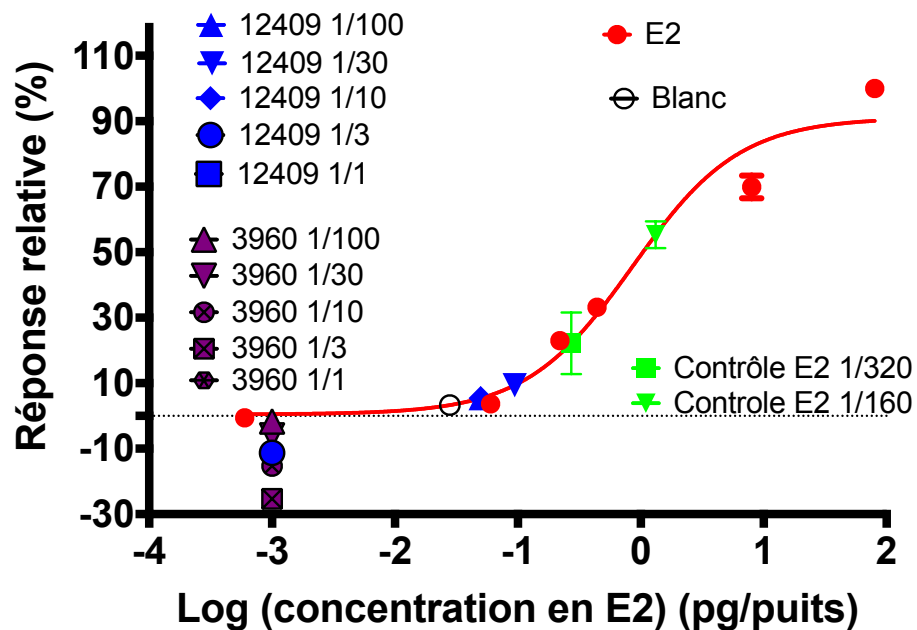
Activité agoniste ER Echantillons 400 et 2280



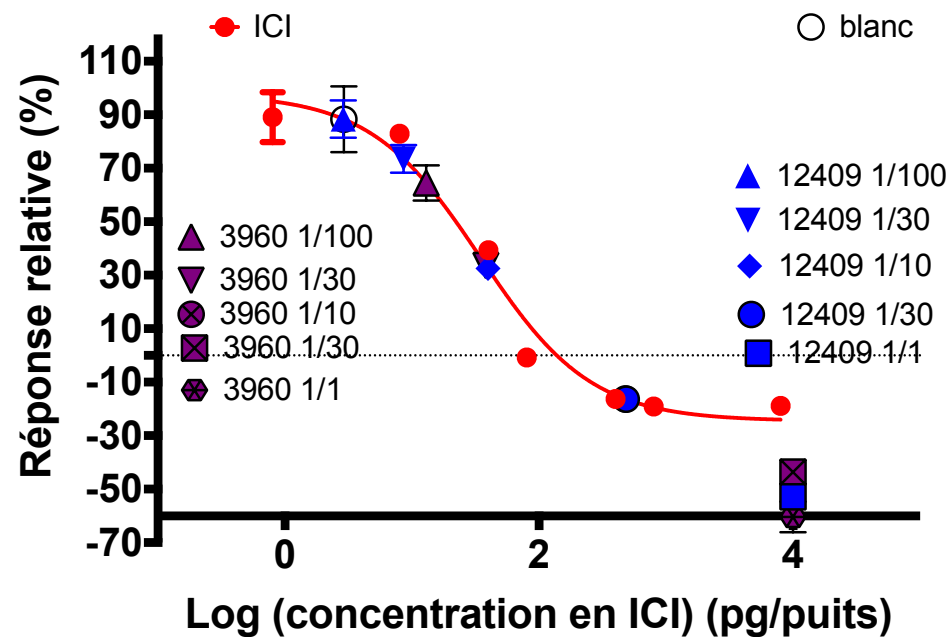
Activité antagoniste ER Echantillons 400 et 2280



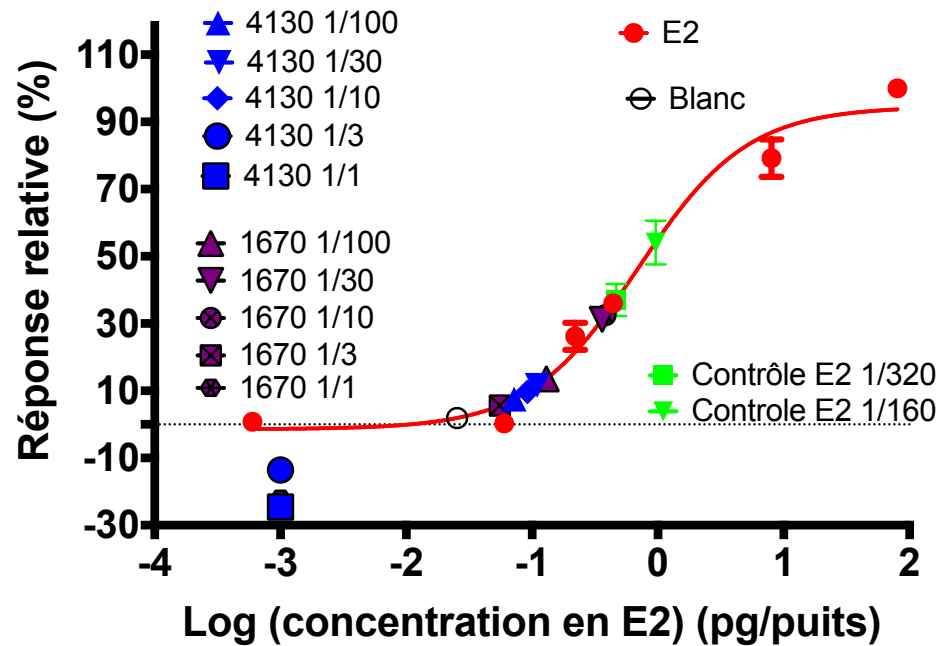
Activité agoniste ER Echantillons 12409 et 3960



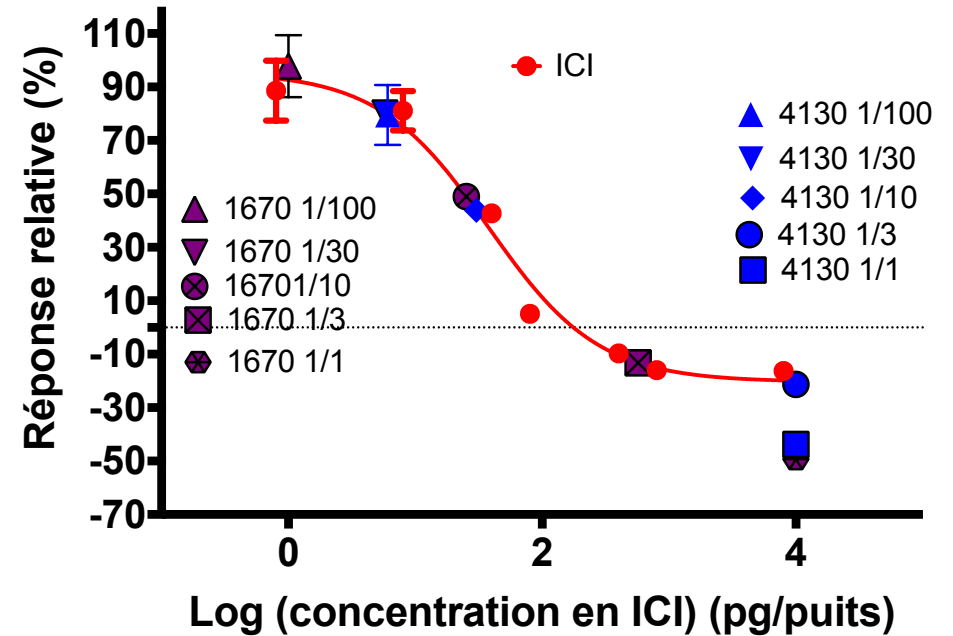
Activité antagoniste ER Echantillons 12409 et 3960



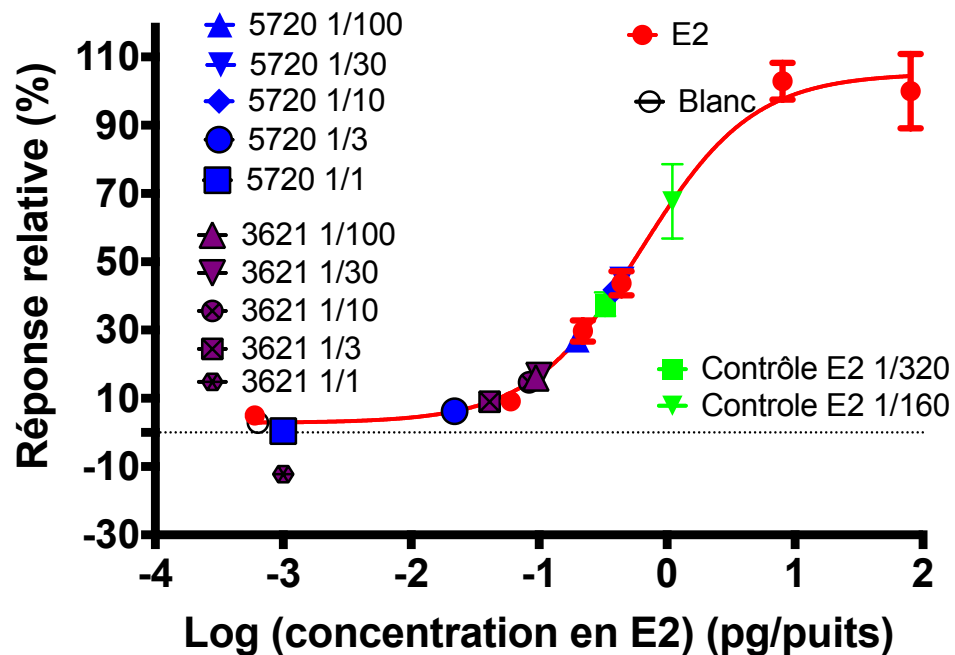
Activité agoniste ER Echantillons 1670 et 4130



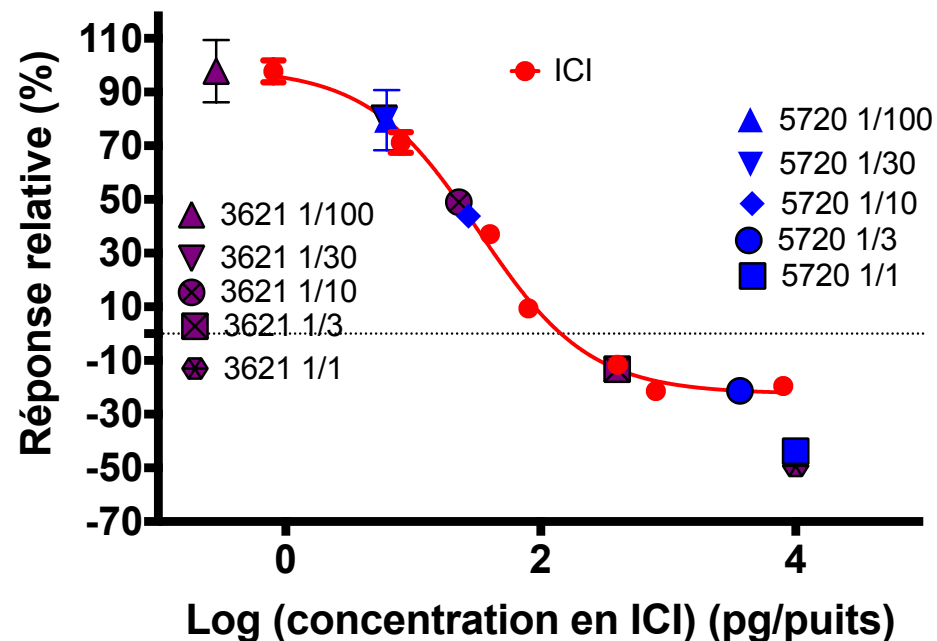
Activité antagoniste ER Echantillons 1670 et 4130



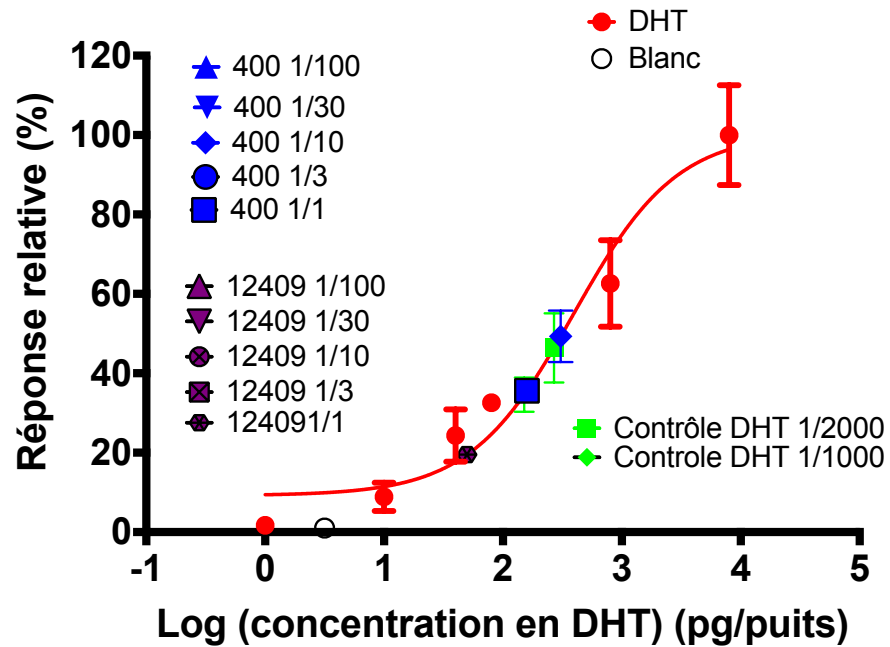
Activité agoniste ER Echantillons 3621 et 5720



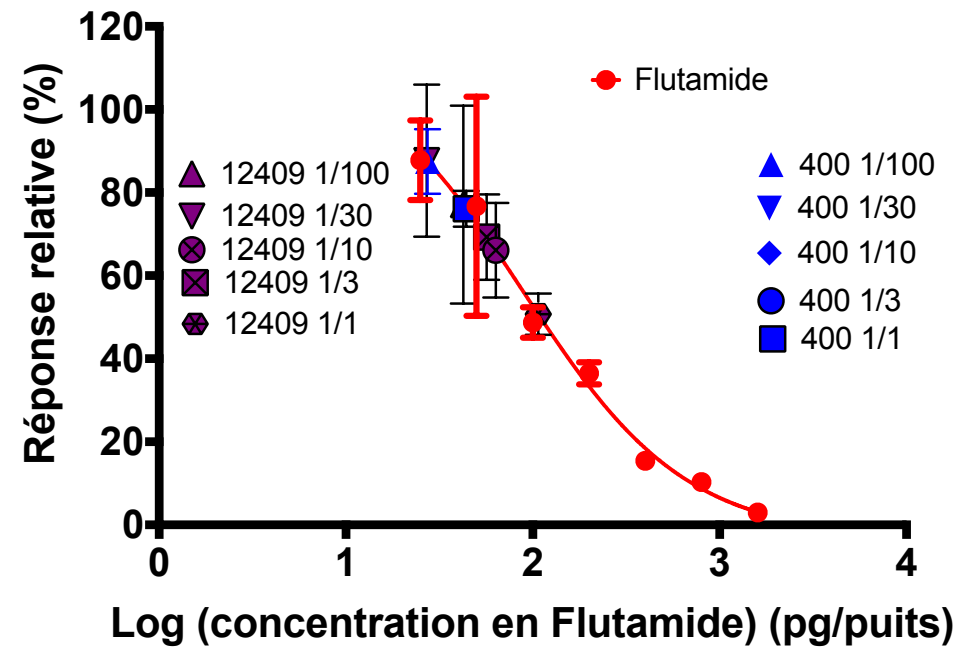
Activité antagoniste ER Echantillons 3621 et 5720



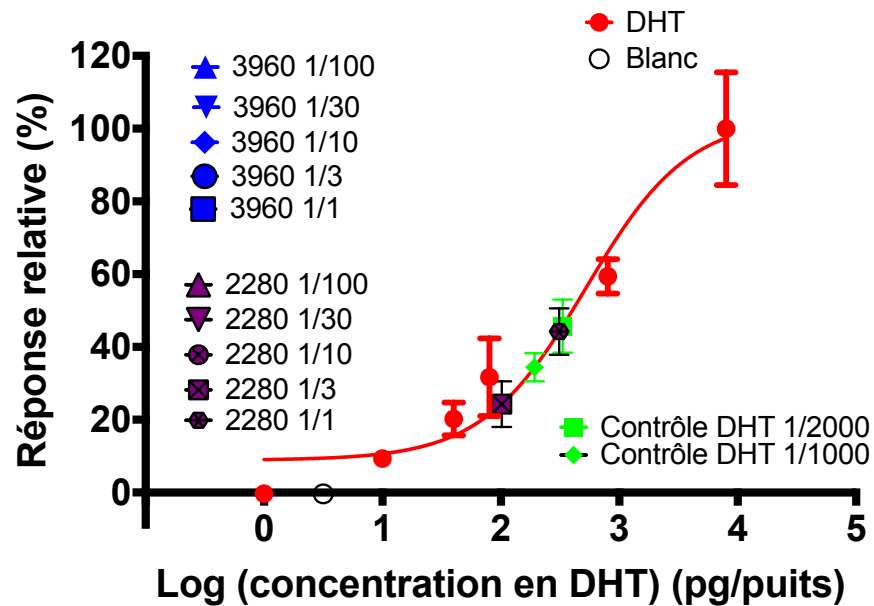
Activité agoniste AR Echantillons 400 et 12409



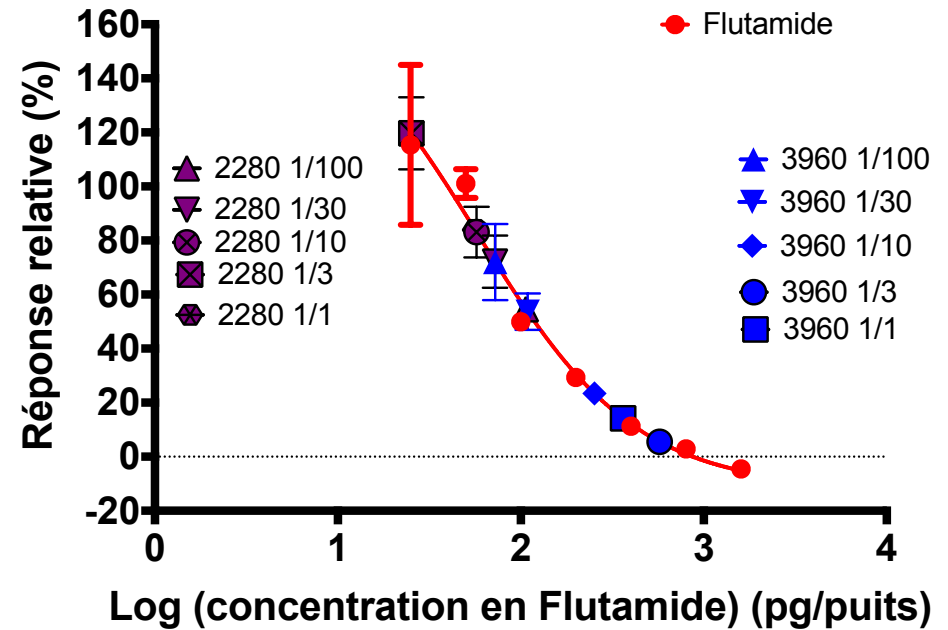
Activité antagoniste AR Echantillons 400 et 12469



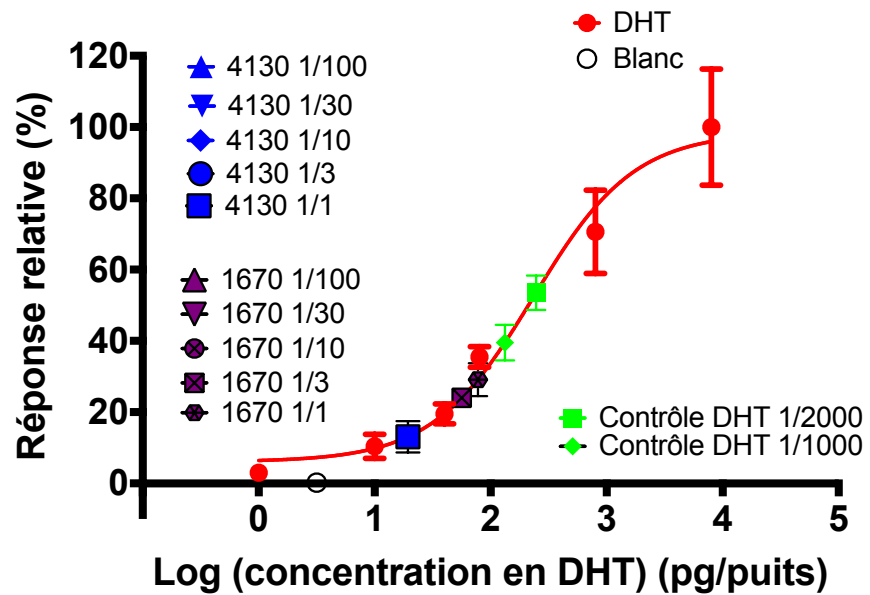
Activité agoniste AR Echantillons 3960 et 2280



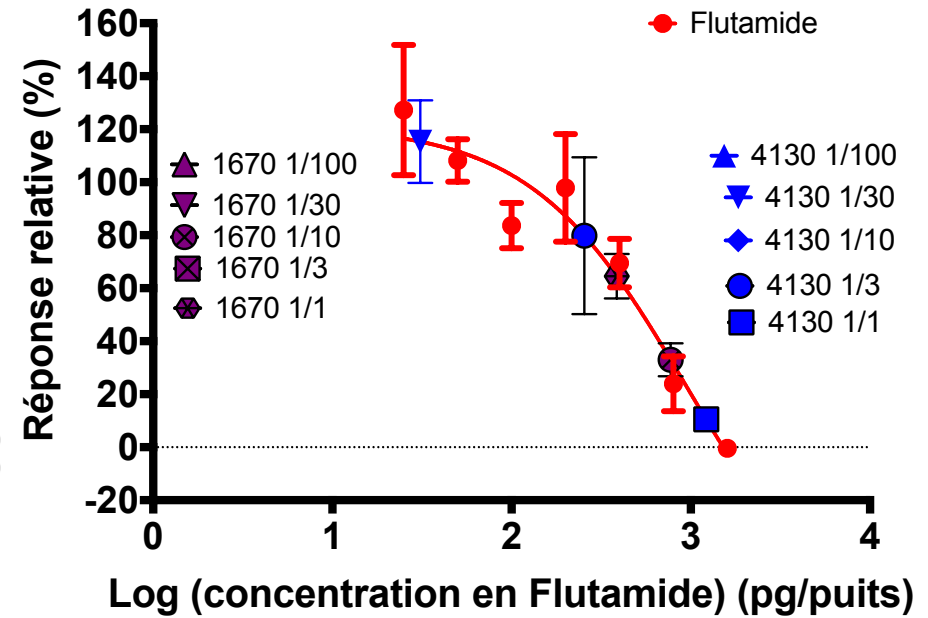
Activité antagoniste AR Echantillons 3960 et 2280



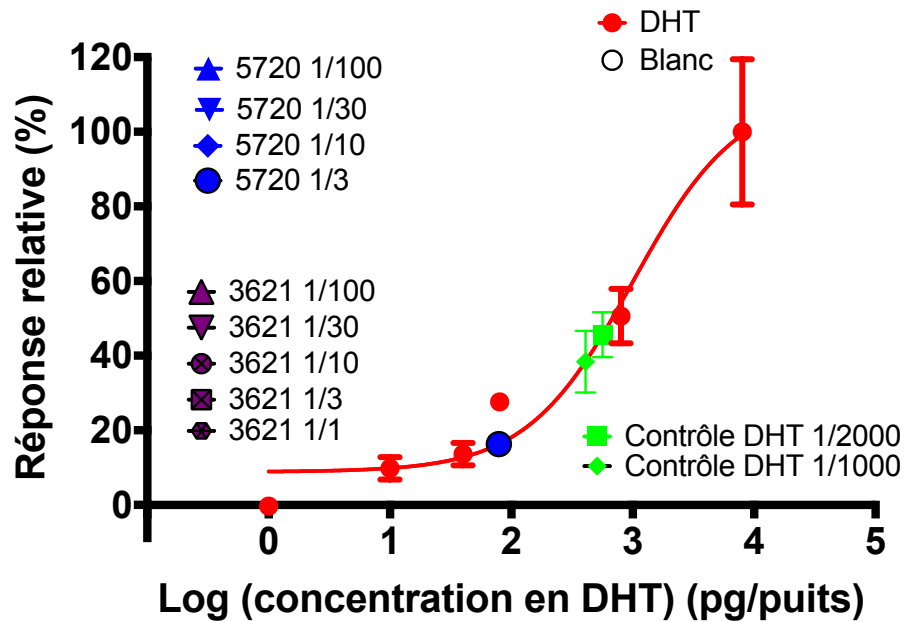
Activité agoniste AR Echantillons 4130 et 1670



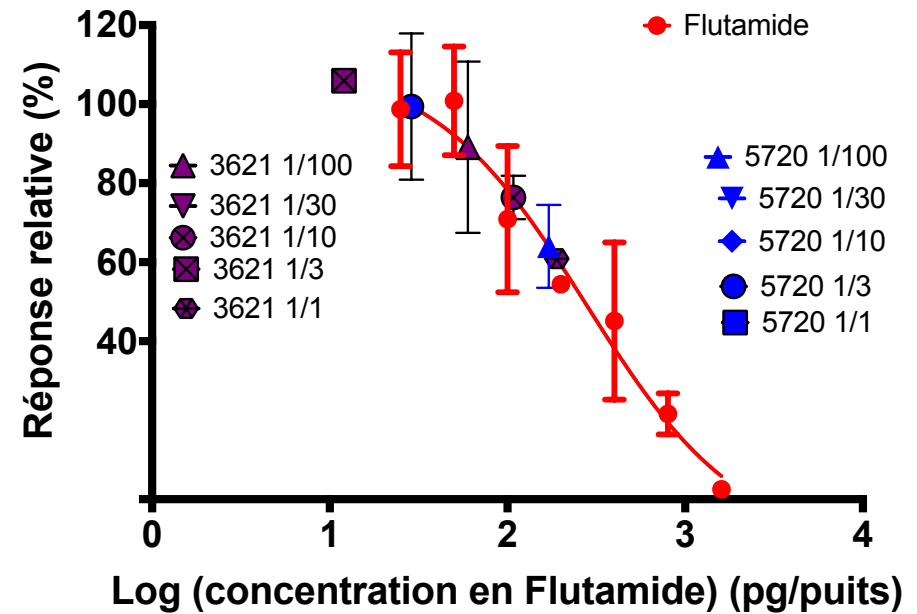
Activité antagoniste AR Echantillons 4130 et 1670



Activité agoniste AR Echantillons 5720 et 3621



Activité antagoniste AR Echantillons 5720 et 3621



Rapport d'essai n°2 concernant l'analyse d'échantillons d'eau par la méthode CALUX (ER et AR) dans le cadre du projet BIODIEN à la demande de Madame Carole CHALON (ISSeP)

! VERSION CORRIGEE du 28/10/2016 !

Référence : bon de commande numéro 151686

Date de rédaction du rapport : 26 octobre 2016

Période d'analyse des échantillons : 6/06/2016 au 09/08/2016

1. Echantillons soumis à l'analyse

Date de réception	Référence de l'échantillon	Analyses demandées
06/06/2016	- 360-P1 (26/01/16) - 1281-P1 (06/01/16) - 2280-P1 (26/01/16) - 3315-P1 (20/01/16) - 3621-P1 (20/01/16) - 3780-P1 (05/01/16) - 4513-P1 (05/01/16) - 4800-P1 (06/01/16) - 630-P5 (17/05/16) - 2280-P5 (17/05/16) - 3621-P5 (11/05/16) - 3960-P5 (18/05/16) - Blanc eau (EDS) - Contrôle E2 (10 ng/L) - Contrôle DHT (10 µg/L)	Analyse CALUX (ER et AR) pour les activités agonistes et antagonistes

Informations fournies par le demandeur : 2 litres d'eau ont été concentrés dans 100 µL de DMSO. Nous avons reçu 50 µL de cet extrait.

2. Méthodologie

Les échantillons ont été analysés au moyen du test cellulaire CALUX-ER et CALUX-AR (cellules MCF7 et T47-D, respectivement, génétiquement modifiées avec le gène de luciférase de luciole comme gène rapporteur, sous le contrôle d'un élément de réponse au récepteur des hormones oestrogènes et androgènes, respectivement).

Test de l'activité agoniste : les cellules ont été exposées durant 24h (ER) ou 48h (AR) à 5 dilutions de chaque échantillon (extrait non dilué et 4 dilutions semi-logarithmiques).

Test de l'activité antagoniste : les cellules ont été exposées durant 24h (ER) ou 48h (AR) à ces mêmes dilutions de chaque échantillon en présence d'une concentration en E2 (17β-oestradiol) ou en DHT (dihydrotestostérone) correspondant à l'EC50.

Dans les deux cas, la concentration finale en DMSO dans le milieu de culture était de 0,4%.

Quartier Vallée 2, Avenue de Cureghem 10 (Bât B43b), 4000 LIEGE

Tél. : 32 4 366 40 46 – Fax : 32 4 366 40 44

Email : @ulg.ac.be - Website : <http://www.dda.ulg.ac.be>

Les contrôles positifs E2 et DHT ont été testés dilués 160 fois, 320 fois et 640 fois. Le blanc de procédure a été testé non dilué.

Chaque solution a été testée en triple (test réalisé en plaques 96 puits).

Une courbe de calibration en E2 ou DHT (pour les tests d'activité agoniste) ou en ICI (fluvestrant) ou flutamide (pour les tests d'activité antagoniste ER et AR respectivement) a été réalisée sur chaque plaque.

3. Résultats

Tous les échantillons testés non dilués se sont montrés cytotoxiques.

Pour les extraits dilués 3 fois, 10 fois, 30 fois et 100 fois, la cytotoxicité est variable d'un échantillon à l'autre (les échantillons cytotoxiques sont indiqués en rouge dans le tableau détaillé des résultats expérimentaux repris en annexe 1).

Le tableau ci-dessous reprend les conclusions concernant les activités agonistes et antagonistes des extraits d'échantillon d'eau vis-à-vis des récepteurs ER et AR.

Pour les activités agonistes vis-à-vis des récepteurs ER et AR, elles sont exprimées respectivement en équivalents E2 (en ng/litre d'eau) et en équivalents DHT (en ng/litre d'eau), calculés à partir du résultat obtenu pour la plus grande dilution (indiquée entre parenthèse) donnant une réponse calculable.

Pour l'activité antagoniste (vis-à-vis de ER ou AR), un « + » dans le tableau ci-dessous indique une possible activité antagoniste (mais à considérer avec prudence étant donné la cytotoxicité des extraits) tandis qu'un « - » indique que l'extrait n'induit pas d'activité antagoniste.

Les **annexes 1 et 2** montrent respectivement le tableau des données brutes et calculées et les figures indiquant les courbes de calibration et les résultats obtenus pour chaque extrait.

Aucune activité agoniste ou antagoniste n'a été observée pour le blanc de procédure, ainsi qu'aucune cytotoxicité.

Le résultat moyen obtenu pour le contrôle E2 est de $10,1 \pm 4,2$ ng/L eq. E2 (analysé 16 fois en tout) (voir annexe 1).

Le résultat moyen obtenu pour le contrôle DHT est de $12,5 \pm 1,1$ µg/L eq. DHT (analysé 2 fois) (voir annexe 1).

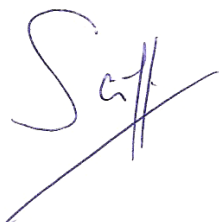
Résultats d'analyse des extraits d'eau :

Echantillon	ER-CALUX		AR-CALUX	
	Activité agoniste ng/L équivalents E2	Activité antagoniste	Activité agoniste ng/L équivalents DHT	Activité antagoniste
360-P1 (26/01/16)	3,9 (1/100)	+	-	-
1281-P1 (06/01/16)	2,4 (1/100)	-	10 (dil 1/10)	-
2280-P1 (26/01/16)	5,6 (1/100)	-	55 (dil 1/10)	-
3315-P1 (20/01/16)	2,1 (1/30)	-	-	-
3621-P1 (20/01/16)	0,2 (1/10)	-	-	-
3780-P1 (05/01/16)	0,2 (1/10)	-	-	-
4513-P1 (05/01/16)	0,03 (1/3)	-	-	-
4800-P1 (06/01/16)	0,1 (1/10)	-	-	-
630-P5 (17/05/16)	Cytotoxique à toutes les dilutions			
2280-P5 (17/05/16)	6,8 (1/100)	-	-	-
3621-P5 (11/05/16)	0,2 (1/10)	-	-	-
3960-P5 (18/05/16)	-	+	1,4 (1/3)	+

« - » = pas d'activité détectée ;

« + » = possible activité antagoniste

Liège, le 28 octobre 2016



Marie-Louise Scippo

Responsable du laboratoire d'analyse des denrées alimentaires

Annexe 1 : tableau de données

Echantillon/dilution	ER-CALUX			Activité antagoniste	AR-CALUX			Activité antagoniste	Cytotoxicité observable au microscope
	Réponse relative (%)	Conc en Eq. E2 (pg/puits)	Conc en Eq. E2 (ng/l)		Réponse relative (%)	Conc en Eq. DHT (pg/puits)	Conc en Eq. DHT (ng/l)		
Plaque 1									
Blanc	11,4	0,04	0,002	nd	nd	nd	nd	nd	non
Contrôle dil 2	42,1	0,6	12,0	nd	nd	nd	nd	nd	non
Contrôle dil 3	59,5	1,3	13,2	nd	nd	nd	nd	nd	non
360-P1 1/1	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
360 P1 1/3	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
360 P1 1/10	83,3	5,1	3,2	50,0	-1,8	1,8	1,1	171,3	non
360 P1 1/30	68,1	2,0	3,7	79,0	0,3	3,7	6,9	130,0	non
360 P1 1/100	43,0	0,6	3,9	82,7	-4,3	1,0	6,3	133,1	non
1281-P1 1/1	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
1281-P1 1/3	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
1281-P1 1/10	62,8	1,5	1,0	73,2	12,9	16,6	10,4	167,6	non
1281-P1 1/30	48,1	0,8	1,5	83,1	3,1	-	-	117,6	non
1281-P1 1/100	33,5	0,4	2,4	65,1	-2,5	-	-	154,6	non
Plaque 2									
Contrôle dil 1	18,2	0,1	4,5	nd	nd	nd	nd	nd	non
Contrôle dil 2	33,3	0,9	17,1	nd	nd	nd	nd	nd	non
Contrôle dil 3	54,4	1,8	18,3	nd	nd	nd	nd	nd	non
2280-P1 1/1	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
2280-P1 1/3	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
2280-P1 1/10	95,9	7,3	4,5	135,1	50,6	87,9	54,9	222,6	non
2280-P1 1/30	96,1	2,7	5,1	113,7	5,2	-	-	145,5	non
2280-P1 1/100	60,4	0,9	5,6	111,4	0,4	-	-	131,3	non
3315-P1 1/1	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
3315-P1 1/3	60,3	0,9	0,2	94,0	2,7	-	-	160,8	non
3315-P1 1/10	36,4	2,1	1,3	101,7	2,9	-	-	126,6	non
3315-P1 1/30	17,6	1,1	2,1	96,8	-0,7	-	-	112,2	non
3315-P1 1/100	9,8	-	-	96,7	1,1	-	-	95,7	non

na = non applicable ; nd = non déterminé ; ‘-’ : pas activité agoniste (réponse relative < 10%)

Plaque 3									
Contrôle dil 1	14,1	0,2	7,4	nd	74,6	332,8	13313,9	nd	non
Contrôle dil 2	29,3	0,5	10,8	nd	nd	nd	nd	nd	non
Contrôle dil 3	44,3	1,1	10,9	nd	nd	nd	nd	nd	non
3261-P1 1/1	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
3261-P1 1/3	30,9	0,6	0,1	96,2	2,4	-	-	98,0	non
3261-P1 1/10	15,2	0,2	0,1	101,8	0,0	-	-	108,3	non
3261-P1 1/30	11,0	0,1	0,2	105,6	2,5	-	-	91,3	non
3261-P1 1/100	6,4	-	-	104,8	3,3	-	-	103,3	non
3780-P1 1/1	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
3780-P1 1/3	49,2	1,4	0,3	104,2	1,5	-	-	118,4	non
3780-P1 1/10	21,4	0,3	0,2	93,4	1,6	-	-	114,6	non
3780-P1 1/30	8,8	-	-	101,4	6,7	-	-	89,1	non
3780-P1 1/100	7,6	-	-	98,5	2,0	-	-	99,2	non
Plaque 4									
Blanc	7,8	-	-	88,3	nd	nd	nd	88,6	non
Contrôle dil 2	20,1	0,4	7,1	nd	99,7	na	na	nd	non
Contrôle dil 3	39,0	1,0	9,7	nd	nd	nd	nd	nd	non
4513-P1 1/1	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
4513-P1 1/3	10,3	0,1	0,03	103,3	-1,5	-	-	102,7	non
4513-P1 1/10	5,5	-	-	98,4	3,7	-	-	62,2	non
4513-P1 1/30	-0,4	-	-	93,3	-0,2	-	-	70,7	non
4513-P1 1/100	-5,9	-	-	109,2	-2,1	-	-	107,0	non
4800-P1 1/1	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
4800-P1 1/3	19,1	0,3	0,06	112,7	1,5	-	-	88,9	non
4800-P1 1/10	12,3	0,2	0,1	106,6	-4,1	-	-	91,3	non
4800-P1 1/30	2,9	-	-	107,1	-1,7	-	-	71,1	non
4800-P1 1/100	-0,1	-	-	103,6	-3,1	-	-	95,6	non

na = non applicable ; nd = non déterminé ; ‘-’ : pas activité agoniste (réponse relative < 10%)

Plaque 5									
Contrôle dil 1	15,5	0,2	7,2	nd	nd	nd	nd	nd	non
Contrôle dil 2	33,7	0,5	10,6	nd	nd	nd	nd	nd	non
Contrôle dil 3	52,2	1,2	11,6	nd	74,1	1172,0	11720,0	nd	non
630-P5 1/1	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
630-P5 1/3	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
630-P5 1/10	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
630-P5 1/30	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
630-P5 1/100	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
2280-P5 1/1	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
2280-P5 1/3	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
2280-P5 1/10	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
2280-P5 1/30	69,7	2,5	4,7	170,6	0,3	-	-	114,5	non
2280-P5 1/100	50,6	1,1	6,8	147,0	-1,2	-	-	62,8	non
Plaque 6									
Contrôle dil 1	15,1	0,0	4,9	nd	nd	nd	nd	nd	non
Contrôle dil 2	29,9	0,3	6,8	nd	nd	nd	nd	nd	non
Contrôle dil 3	33,6	1,1	4,1	nd	nd	nd	nd	nd	non
3621-P5 1/1	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
3621-P5 1/3	33,8	0,4	0,1	110,8	3,3	-	-	na	oui
3621-P5 1/10	24,5	0,3	0,2	96,3	0,8	-	-	95,5	non
3621-P5 1/30	5,2	-	-	99,2	4,9	-	-	72,7	non
3621-P5 1/100	0,2	-	-	95,3	2,9	-	-	92,1	non
3960-P5 1/1	na	na	na	na	na	na	na	na	oui
3960-P5 1/3	3,7	-	-	31,4	13,8	7,3	1,4	50,2	non
3960-P5 1/10	-4,1	-	-	50,8	-3,4	-	-	75,1	non
3960-P5 1/30	1,5	-	-	80,6	-0,7	-	-	65,4	non
3960-P5 1/100	5,9	-	-	105,9	-1,3	-	-	88,3	non

na = non applicable ; nd = non déterminé ; ‘-’ : pas activité agoniste (réponse relative < 10%)

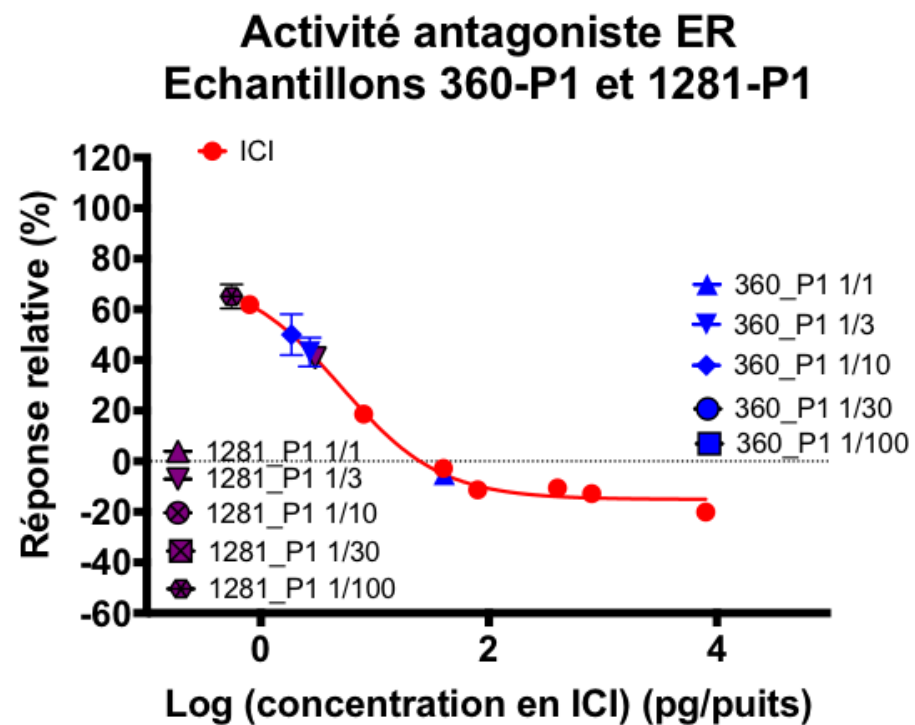
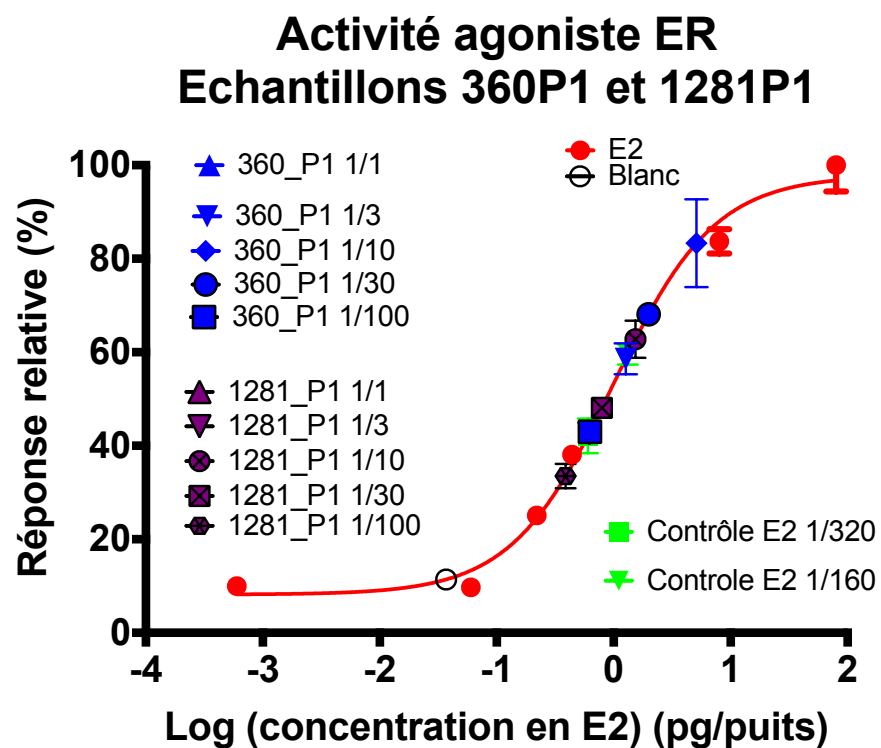
Recapitulatif de l'analyse répétée des contrôles positifs	Conc en Eq. E2 (ng/l)	Conc en Eq. DHT (ng/l)
Contrôles E2/DHT *		
Contrôle dil 1- pl. 1	nd	nd
Contrôle dil 1- pl. 2	4,5	nd
Contrôle dil 1- pl. 3	7,4	13314,0
Contrôle dil 1- pl. 4	nd	nd
Contrôle dil 1- pl. 5	7,2	nd
Contrôle dil 1- pl. 6	4,9	nd
Contrôle dil 2- pl. 1	12,0	nd
Contrôle dil 2- pl. 2	17,1	nd
Contrôle dil 2- pl. 3	10,8	nd
Contrôle dil 2- pl. 4	7,1	na
Contrôle dil 2- pl. 5	10,6	nd
Contrôle dil 2- pl. 6	6,8	nd
Contrôle dil 3- pl. 1	13,2	nd
Contrôle dil 3- pl. 2	18,3	nd
Contrôle dil 3- pl. 3	10,9	nd
Contrôle dil 3- pl. 4	9,7	nd
Contrôle dil 3- pl. 5	11,6	11720,0
Contrôle dil 3- pl. 6	4,1	nd
Moyenne	10,1	12517,0
SD	4,2	1127,1
RSD (%)	41%	9%

* Contrôles E2 (eau dopée avec 10 ng/L de E2).

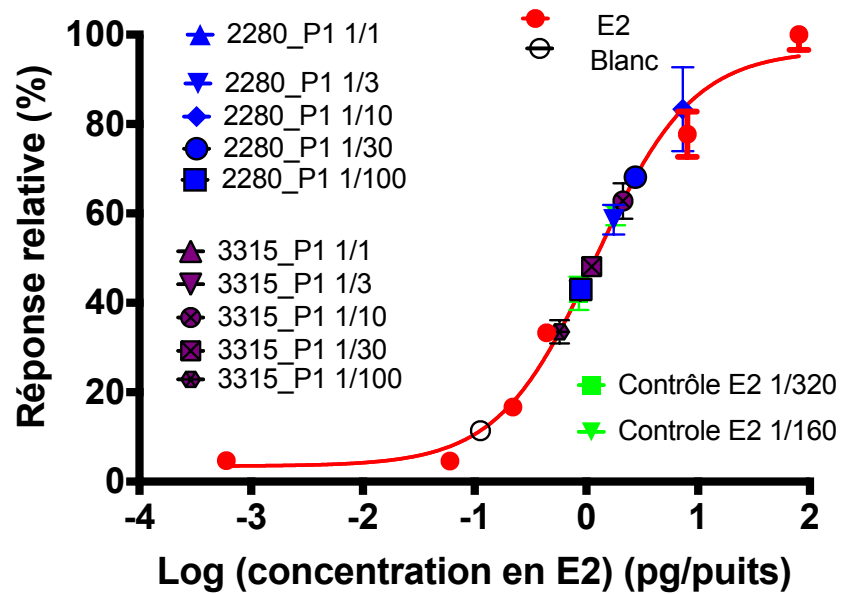
* Contrôles DHT (eau dopée avec 10 microgrammes/L de DHT).

Dilution 1 = dilution 640 fois, dilution 2 = dilution 320 fois, dilution 3 = dilution 160 fois

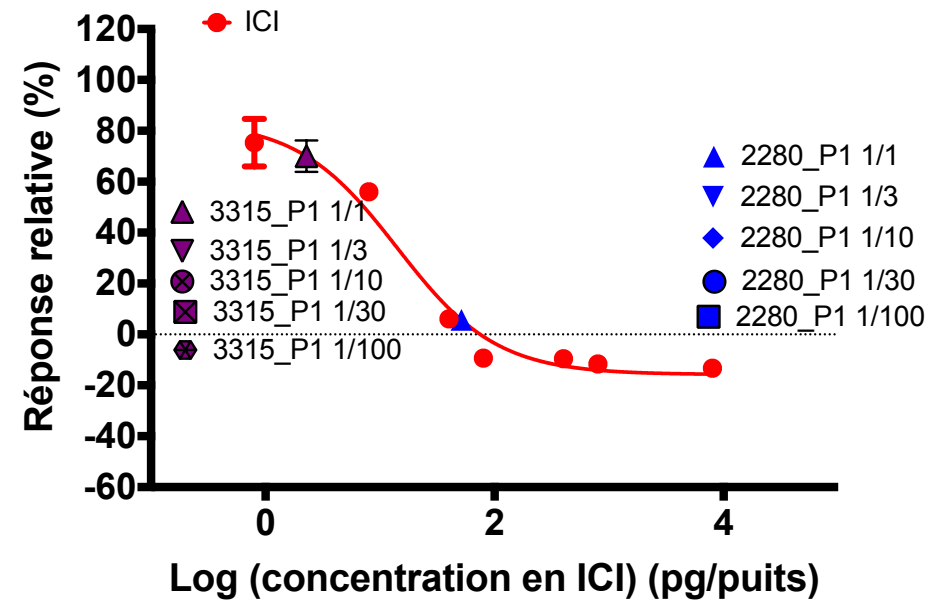
nd = non déterminé



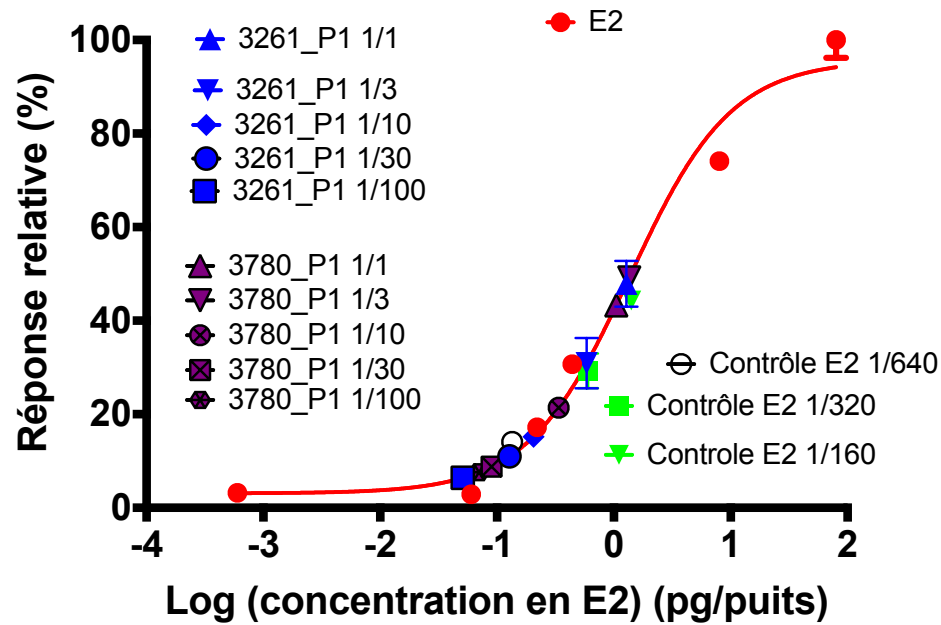
Activité agoniste ER Echantillons 2280P1 et 3315P1



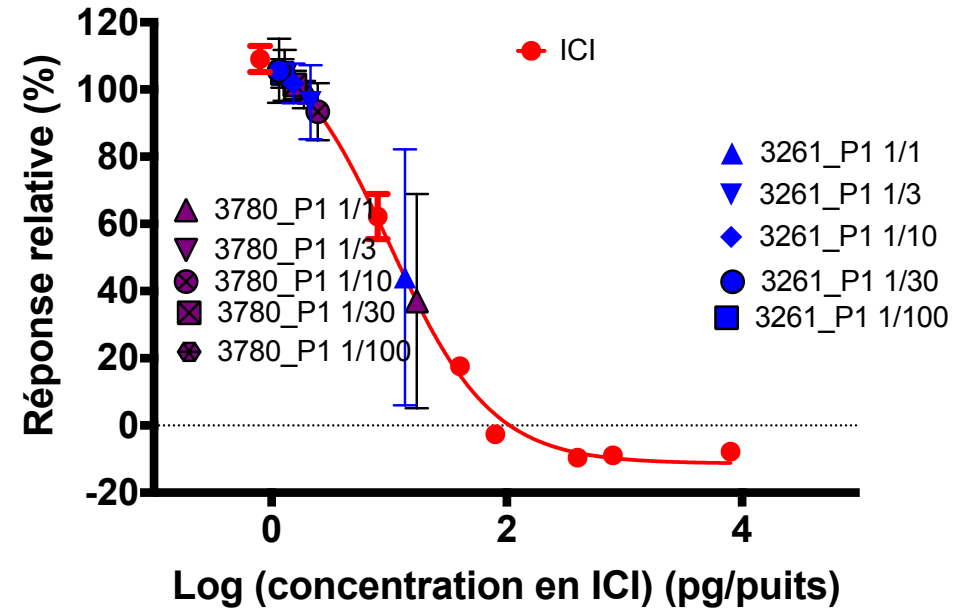
Activité antagoniste ER Echantillons 2280-P1 et 3315-P1



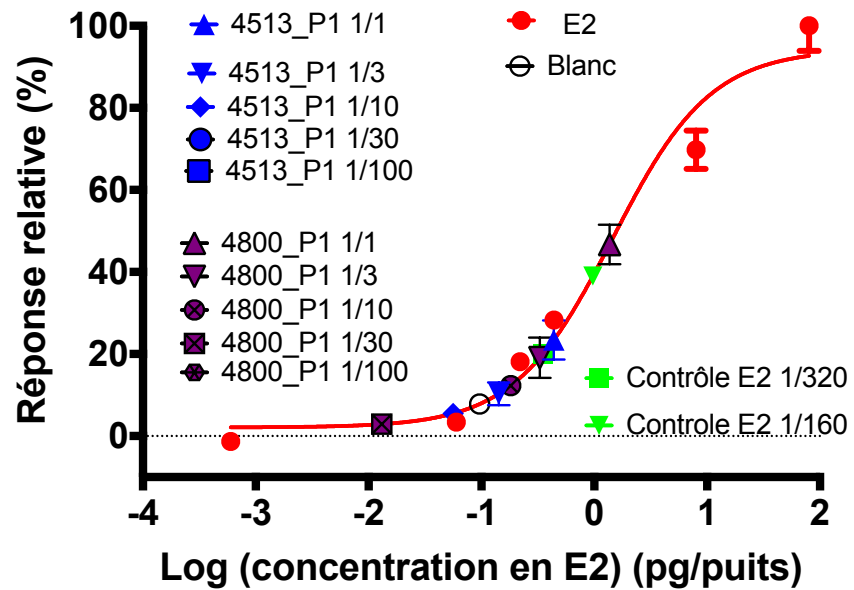
Activité agoniste ER Echantillons 3261P1 et 3780P1



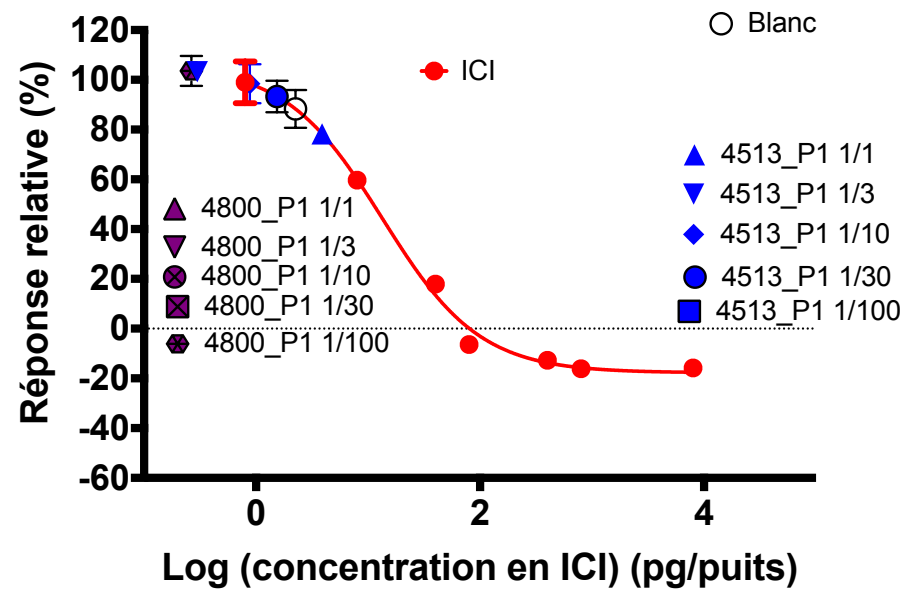
Activité antagoniste ER Echantillons 3621-P1 et 3780-P1



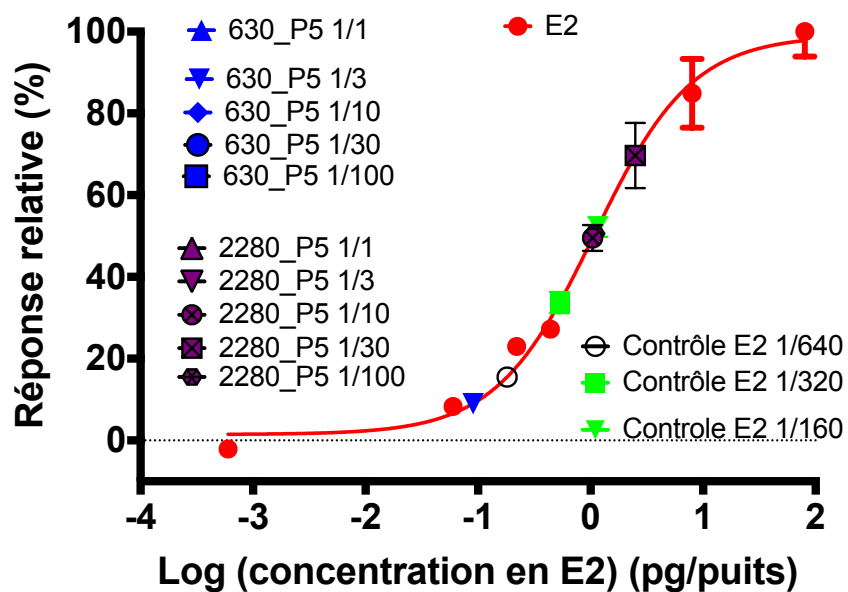
Activité agoniste ER Echantillons 4513P1 et 4800P1



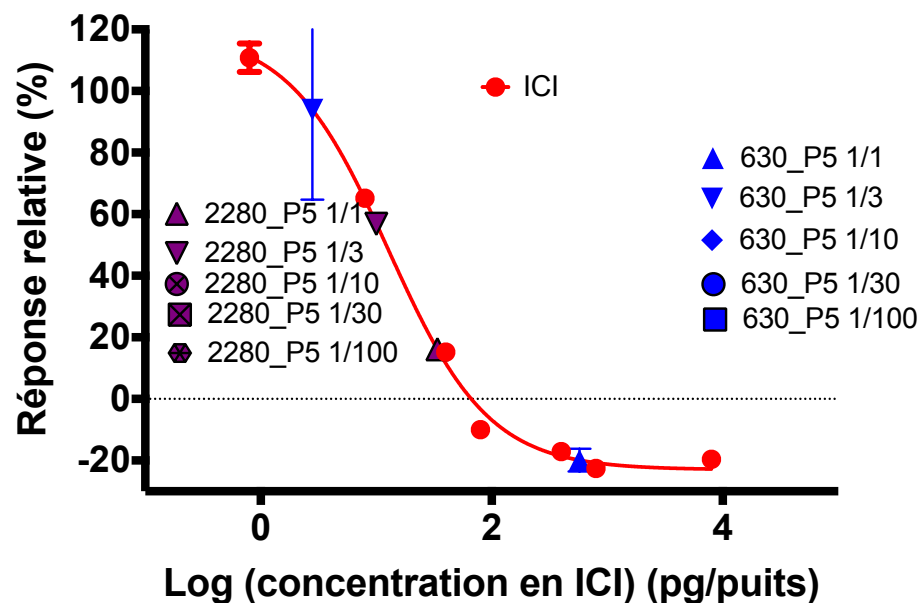
Activité antagoniste ER Echantillons 4513-P1 et 4800-P1



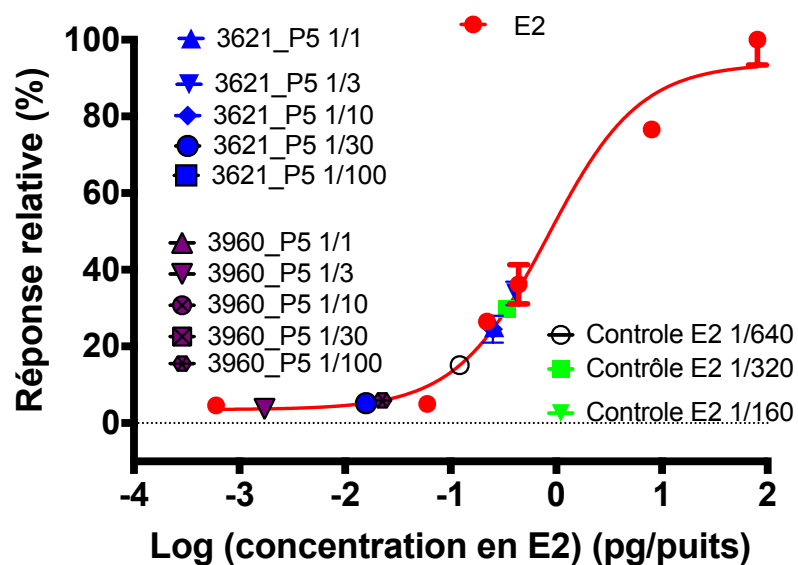
Activité agoniste ER Echantillons 630P5 et 2280P5



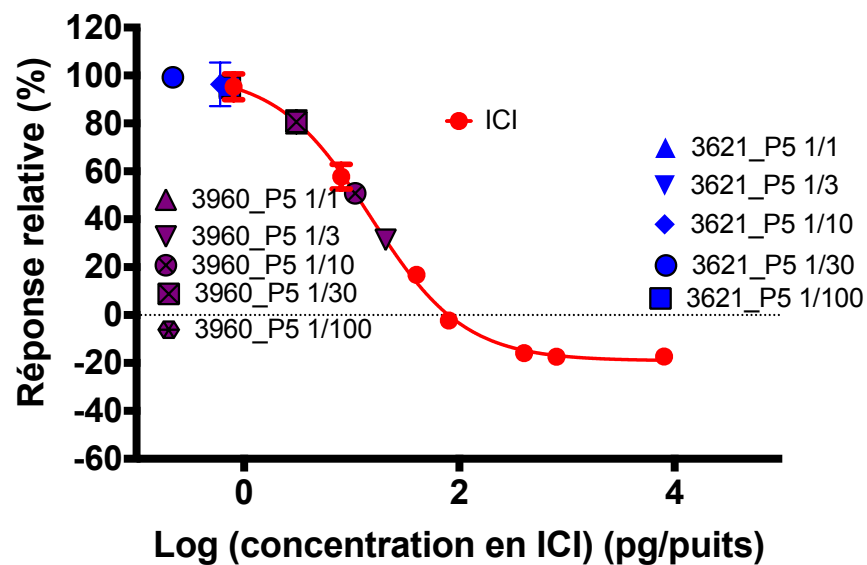
Activité antagoniste ER Echantillons 630-P5 et 2280-P5



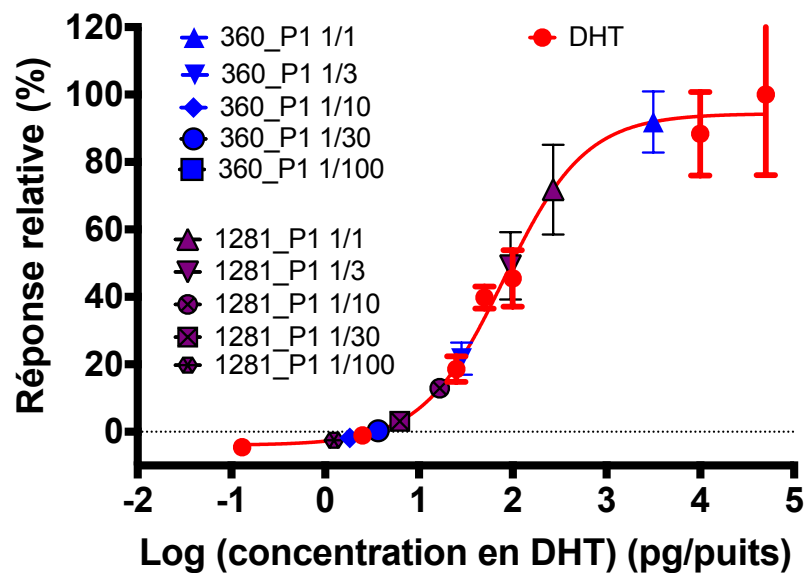
Activité agoniste ER Echantillons 3621P5 et 3960P5



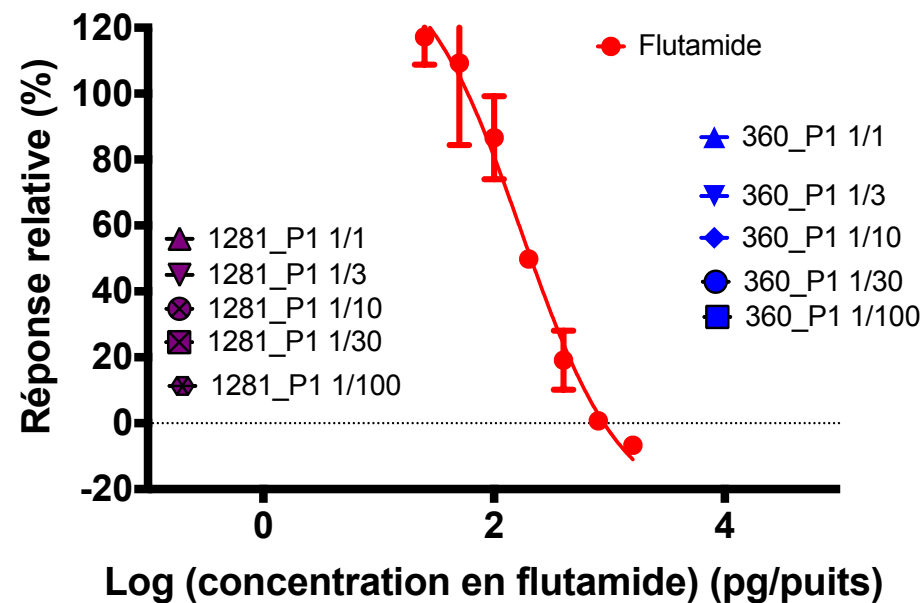
Activité antagoniste ER Echantillons 3621-P5 et 3960-P5



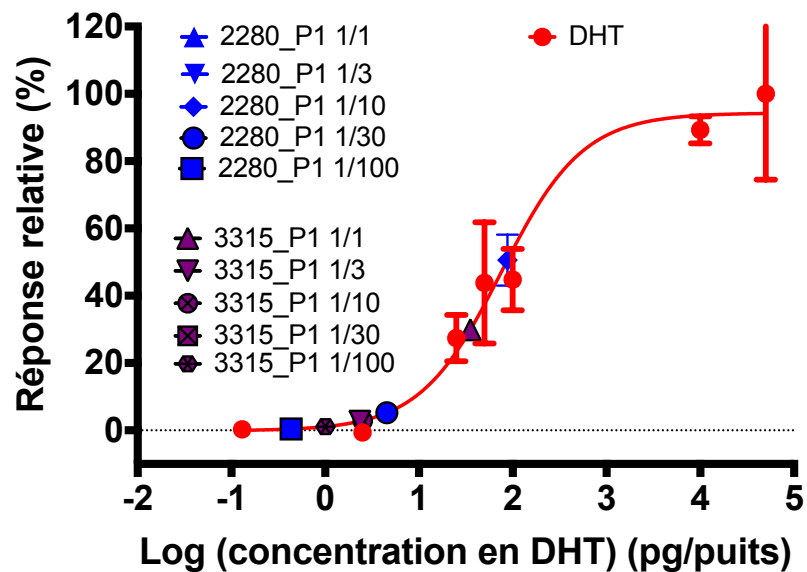
Activité agoniste AR Echantillons 360-P1 et 1281-P1



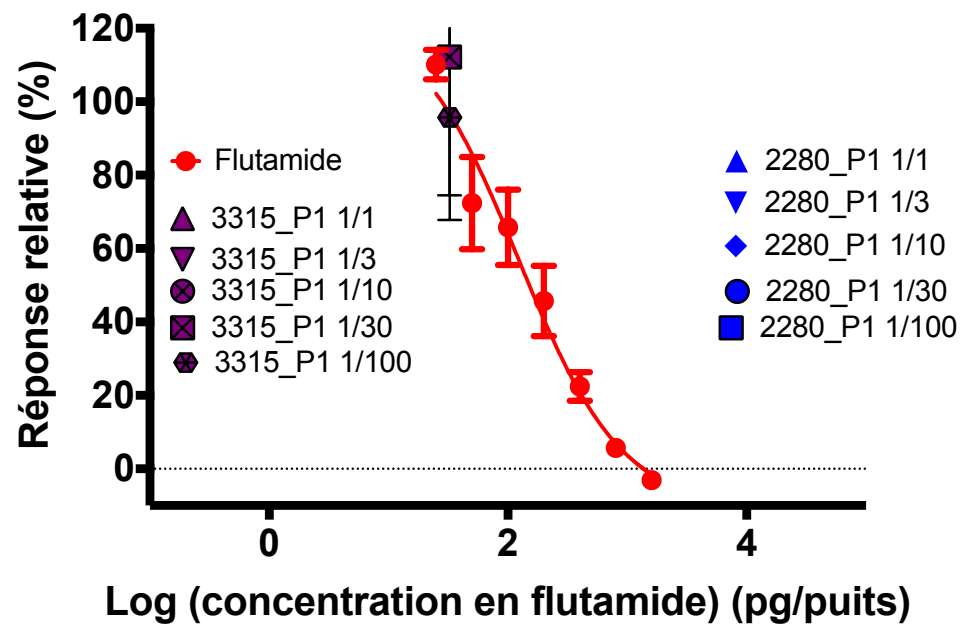
Activité antagoniste AR Echantillons 360-P1 et 1281-P1



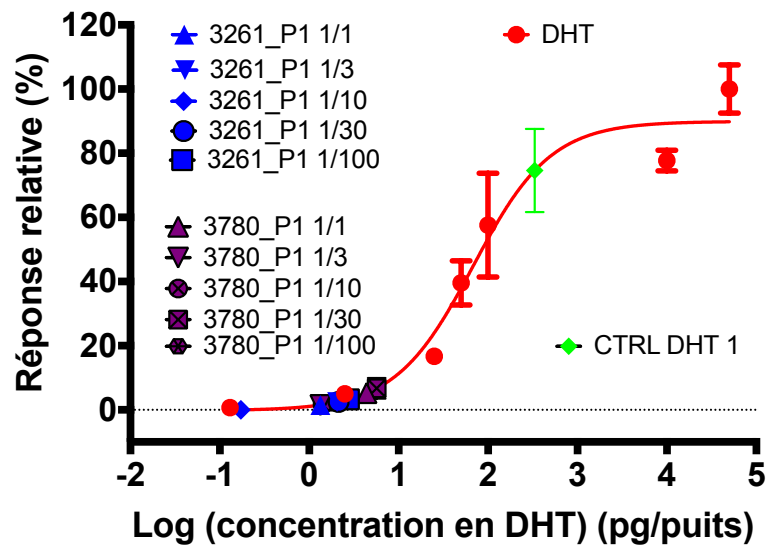
Activité agoniste AR Echantillons 2280-P1 et 3315-P1



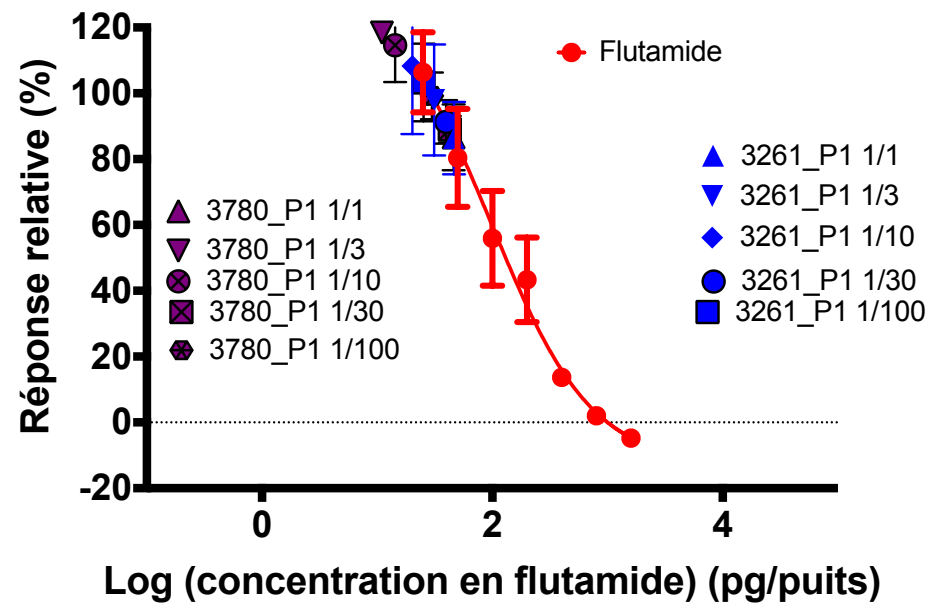
Activité antagoniste AR Echantillons 2280-P1 et 3315-P1



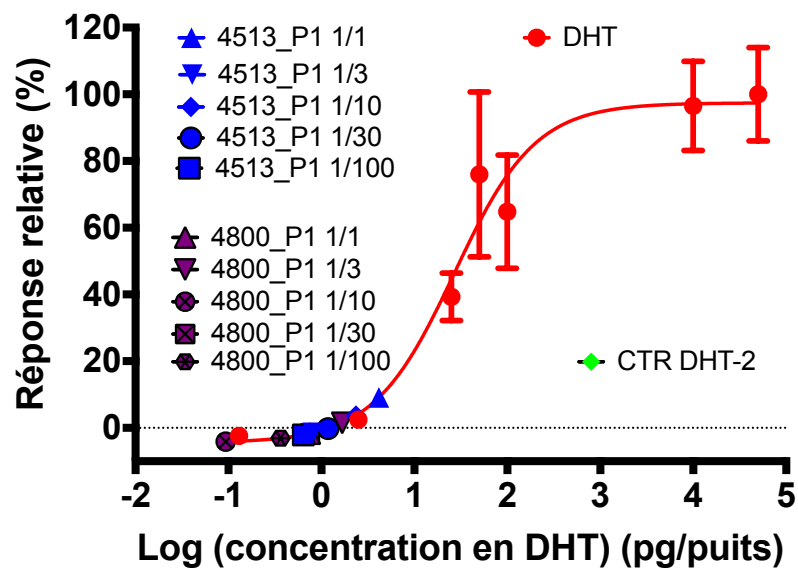
Activité agoniste AR Echantillons 3621-P1 et 3780-P1



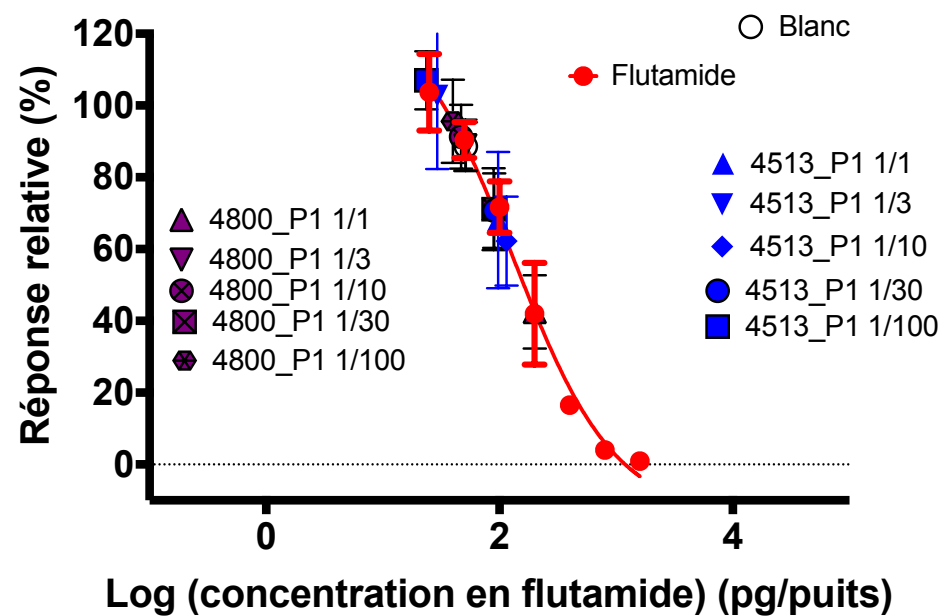
Activité antagoniste AR Echantillons 3621-P1 et 3780-P1



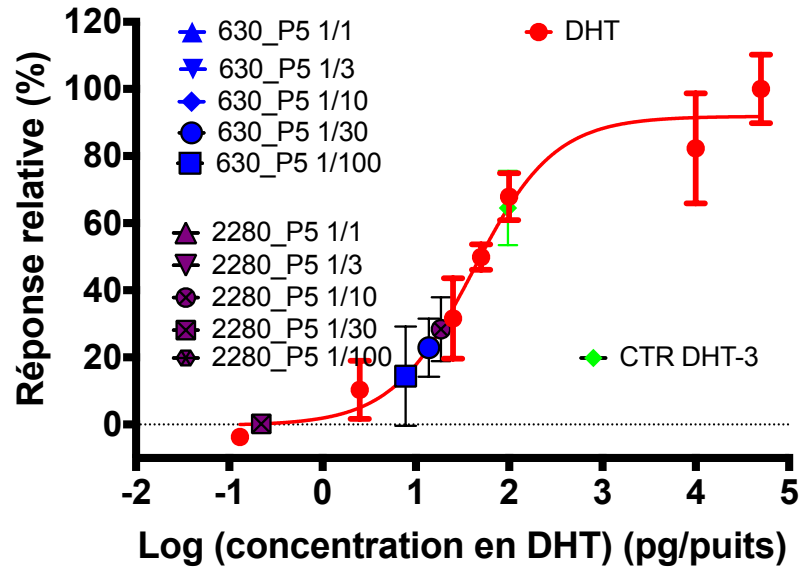
Activité agoniste AR Echantillons 4513-P1 et 4800-P1



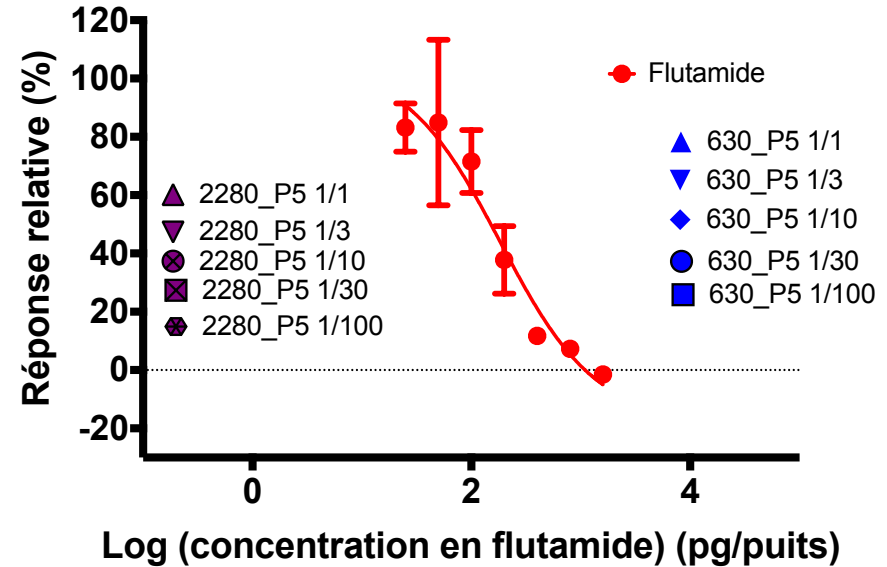
Activité antagoniste AR Echantillons 4513-P1 et 4800-P1



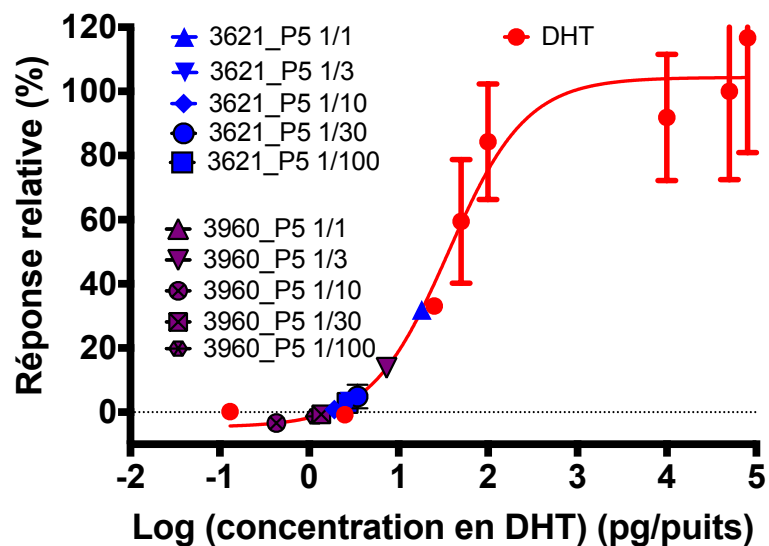
Activité agoniste AR Echantillons 630-P5 et 2280-P5



Activité antagoniste AR Echantillons 630-P5 et 2280-P5



Activité agoniste AR Echantillons 3621-P5 et 3960-P5



Activité antagoniste AR Echantillons 3621-P5 et 3960-P5

