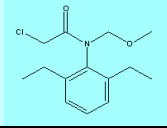
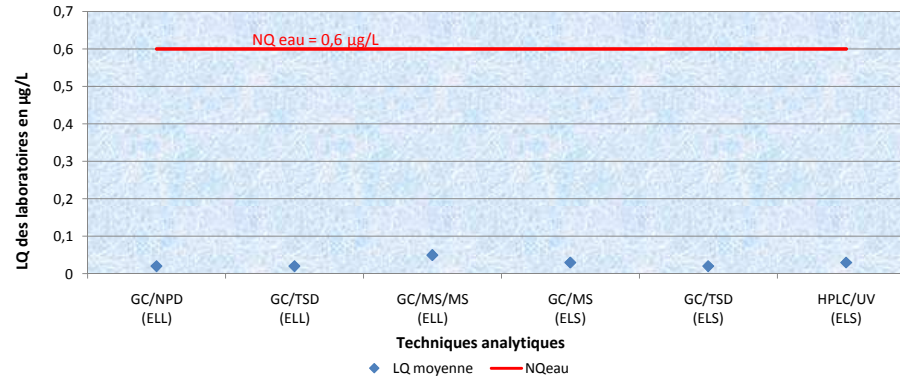
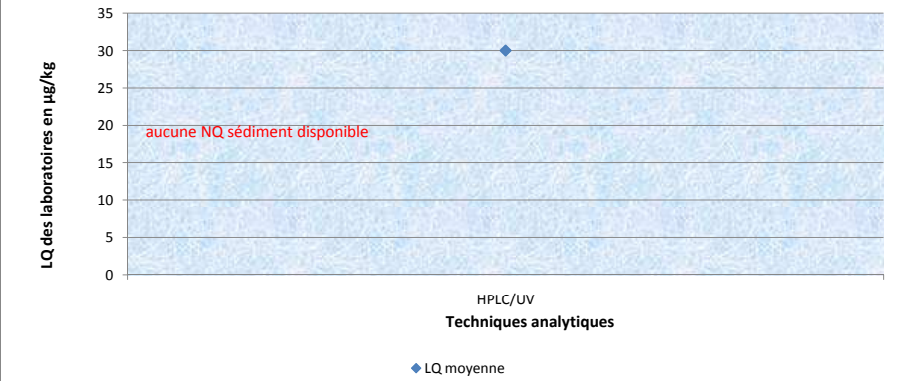


SUBSTANCES DE LA DIRECTIVE CADRE EAU



Composé				Formule développée ou élément chimique							
<h2>Atrazine</h2>											
Code Sandre		Numéro CAS		Log Kow		Solubilité dans eau [mg/L]					
1107		1912-24-9		2,5		30 à 20°C					
Support de surveillance, fraction à analyser et codes sandre associés											
support	code support	fraction		code fraction	support	code support	fraction				
eau ⁽¹⁾	3	eau brute		23	sédiment	6	particules < 2mm ⁽²⁾				
NQE [$\mu\text{g/L}$]		CMA-NQE [$\mu\text{g/L}$]			NQ [$\mu\text{g/kg}$] de matière sèche						
Eaux Souterraines	Eaux de surface intérieures	Autres Eaux de surface	Eaux de surface intérieures	Autres Eaux de surface	Sédiment						
s.o	0,6	0,6	2,0	2,0	s.o						
Paramètres à déterminer au préalable											
Matières en suspension				Taux de matière sèche, COT, granulométrie, perte au feu, aluminium, manganèse, fer							
Sur le terrain - Matrice Eau				Sur le terrain - Matrice Sédiment							
Matériel de prélèvement		Flacons destinés à l'analyse		Prétraitement et transport		Matériel de prélèvement		Flacons destinés à l'analyse		Prétraitement et transport	
.Choisir son matériel en fonction de l'objectif du prélèvement, de la nature de l'eau et de la quantité à prélever .Eviter l'utilisation de matériels intermédiaires (entonnoirs, louches etc...) pour le remplissage des flacons .Utiliser un dispositif en verre et en acier inoxydable (les matériaux en plastiques peuvent occasionner une perte de substance à échantillonner). .Les flacons doivent être préparés en fonction du type d'analyse et en respectant le conditionnement et les conditions de conservation prescrits par le laboratoire .Le matériel de prélèvement est conditionné et nettoyé soigneusement pour le prélèvement .Si un autre prélèvement est prévu dans la journée, rincer trois fois le matériel de prélèvement ou tout matériel intermédiaire éventuel avec l'eau du lieu de prélèvement		.Flacons de 1 L en verre brun ou en verre transparent protégé par une feuille d'aluminium, non pelliculés et prétraités (calcinés 8 H à 500 °C), bouchon à vis avec membrane en aluminium ou en polymères perfluorés. .Dans tous les cas, vérifier l'absence de polluants dans le flacon mis en œuvre (blanc de flaconnage)		.Ne pas remplir complètement les flacons destinés au laboratoire. .Si la présence de chlore libre est suspectée (bandelette-test de sensibilité 0,5 mg/L), ajouter 80 mg de thiosulfate de sodium pentahydraté ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) pour 1 L d'échantillon dans le récipient avant le prélèvement. .Après le prélèvement ajuster à une valeur de pH comprise entre 6 et 9 avec de l'acide minéral (ex : acide chlorhydrique, acide phosphorique...) à 1 mol/L ou de l'hydroxyde de sodium à 1 mol/L (le volume de réactif ajouté doit être négligeable par rapport au volume prélevé). .Transporter les échantillons à $5 \pm 3^\circ\text{C}$, à l'abri de la lumière, sous un délai de 24 H. .Extraire dans les 48 H suivant le prélèvement.		.Choisir son matériel en fonction de la nature du sédiment, de la quantité à prélever et de la profondeur de l'eau (drague manuelle, sonde, benne, carrotier, ...) .Eviter toute contamination de l'échantillon (préserver la propreté de l'équipement d'échantillonnage, le nettoyer entre chaque prélèvement) .Choisir le matériau de l'outil préleveur pour limiter la contamination de l'échantillon, pour la drague manuelle, le métal est conseillé. La benne et le carrotier sont en général en métal, préférer l'acier inoxydable, moins contaminant. .Pour ne pas avoir de contamination éventuelle par l'outil, sous-échantillonner en évitant soigneusement les parois de l'outil .Préserver l'intégrité de la surface du sédiment et laisser la possibilité de réaliser un sous-échantillon d'une épaisseur définie. .Minimiser le lessivage de l'échantillon en remontant lentement l'outil de prélèvement.		.Flacons en verre brun à col large de 1 L préalablement calcinés à 500°C pendant 8 H; capuchons vissés avec joint en polymère perfluoré .Dans tous les cas, vérifier l'absence de polluants dans le contenant mis en œuvre (blanc de flaconnage)		.Afin d'éviter les modifications dues à l'activité bactérienne, limiter au maximum l'air dans les échantillons par un remplissage complet du contenant .Transporter les échantillons à $5 \pm 3^\circ\text{C}$, à l'abri de la lumière, dans les 24 H maximum.	
Au laboratoire - Matrice eau				Au laboratoire - Matrice sédiment							
Prétraitement		Stockage- Conservation		Prétraitement		Stockage- Conservation					
.Nettoyage soigneux de la verrerie utilisée pour l'analyse : - pour la verrerie jaugée : à l'aide d'un agent nettoyant puis au solvant (dichlorométhane, par exemple) - pour la verrerie non jaugée par calcination à 500°C pendant 8 H .Remise à température ambiante en vue de l'analyse .Si le flacon est complètement rempli, agiter l'échantillon et éliminer la quantité nécessaire à l'ajout du solvant d'extraction (dans le cas d'une extraction liquide/liquide) .Des blancs de verrerie doivent être réalisés.		. Les échantillons doivent être extraits de préférence dans les 48 H qui suivent le prélèvement. . Les extraits de solvants obtenus à partir des échantillons, peuvent être conservés à $4 \pm 2^\circ\text{C}$ pendant 5 jours.		.Mesurer le taux de matière sèche (en % pour la fraction particule < 2 mm - code fraction 32) sur une aliquote séparée au moment de l'analyse pour exprimer les résultats en $\mu\text{g/kg}$ pour la fraction matière sèche de particules < 2 mm. .L'étape d'homogénéisation peut être couplée à l'étape de tamisage de l'échantillon (pour l'homogénéisation utiliser une spatule, tamis et matériel en en acier inoxydable, bien nettoyer au solvant et sécher entre chaque échantillon) .selon NF ISO 14507 (§8.4 composés organiques peu volatils 2 possibilités : broyage manuel au mortier ou séchage chimique au sulfate de sodium/silicate de magnésium + broyeur à fléau après refroidissement à l'azote liquide) ou selon Projet Horizontal CSS99015 - lyophilisation (§9.2 Conservation de l'échantillon et prétraitement selon NF EN ISO 16720)		.Les herbicides pouvant subir une conversion microbienne, les échantillons sont conservés à l'abri de la lumière, à une température inférieure à -20°C et doivent être extraits dans les 7 jours qui suivent le prélèvement. .Conservation des échantillons 7 j maximum sans prétraitement.					
Avis AQUAREF sur NQ - Matrice eau				Avis AQUAREF sur NQ - Matrice sédiment							
NQ/3 atteinte		Commentaires LQ		NQ/3 atteinte		Commentaires LQ					
0		.Chromatographie en phase gazeuse - spectrométrie de masse en tandem (GC/MS/MS) : atteignable .Chromatographie en phase liquide - détecteur UV (HPLC/UV) : atteignable .Chromatographie en phase gazeuse - détecteur azote/phosphore (GC/NPD) : atteignable .Chromatographie en phase gazeuse haute résolution - spectromètre de masse haute résolution (GC/MS) : atteignable		s.o		s.o					
Commentaires - Matrice eau				Commentaires - Matrice sédiment							
⁽¹⁾ L'atrazine est préférentiellement présente dans le support eau ($\log Kow < 5$), mais dans le cadre du programme de surveillance elle est également recherchée dans le support sédiment Selon la circulaire DCE 2006/16, pour les substances organiques non volatiles et les échantillons chargés en MEST ($\geq 250 \text{ mg/L}$), l'analyse est réalisée sur l'eau brute (phase particulaire + phase dissoute)				⁽²⁾ selon la norme NF ISO 11264 précisant la fraction à analyser							
Performances des techniques sur la matrice eau				Performance des techniques sur la matrice sédiment							
											
Note : Les données dans les graphes sont issues des limites de quantification (LQ) usuelles précisées en verso - matrice eau				Note : Les données dans les graphes sont issues des limites de quantification (LQ) usuelles précisées en verso - matrice sédiment							

SUBSTANCES DE LA DIRECTIVE CADRE EAU



Au laboratoire - Matrice eau				Au laboratoire - Matrice sédiment			
Analyse - Exemples Extraction-Digestion				Analyse - Extraction - Digestion			
Minéralisation/Extraction - Norme		Minéralisation/Extraction - Intitulé		Minéralisation/Extraction - Norme		Minéralisation/Extraction - Intitulé	
NF EN ISO 10695 (juin 2000) (Qualité de l'eau)		<p>Dosage de certains composés organiques azotés et phosphorés sélectionnés Méthode par chromatographie en phase gazeuse - extraction liquide/liquide applicable aux échantillons d'eaux contenant jusqu'à 0,05 g/l de matières en suspension</p> <p>En présence de matières organiques, de matières en suspension et de colloïdes, les interférences sont plus nombreuses et les limites de détection peuvent donc être plus élevées.</p> <p>- extraction applicable aux échantillons d'eaux contenant des concentrations en masse du composé étudié $\geq 0,05 \mu\text{g/l}$. Les interférences survenant lors de l'analyse de certains types d'eaux de surface peuvent empêcher l'application de cette méthode d'extraction. Les rendements d'extraction peuvent varier en fonction du type d'eau, de ce fait les rendements du laboratoire doivent être déterminés et contrôlés. Un minimum de trois extractions est nécessaire pour obtenir des rendements satisfaisants, supérieurs à 60 %</p>		NF ISO 11264 (mars 2008) (Qualité du sol)		<p>Dosage des herbicides - Méthode par HPLC avec détection par UV (HPLC/UV) - Extraction solide/liquide par agitation avec un mélange acétone/dichlorométhane en milieu aqueux contrôlé, puis concentration de la phase organique isolée.</p> <p>- Le remplacement du dichlorométhane par de l'éther de pétrole peut, dans le cas de certains sols, biaiser les résultats (biais négatif)</p>	
EPA - Méthode 1699 (Décembre 2007)		<p>Pesticides dans l'eau, le sol, les sédiments, les biosolides et les tissus par chromatographie gazeuse haute résolution couplée à la spectrométrie de masse haute résolution (GC/MS)</p> <p>Extractions possibles :</p> <ul style="list-style-type: none"> -Extraction liquide/liquide à pH neutre, au dichlorométhane, en ampoule à décanter -Extraction liquide-liquide en continu -Extraction sur phase solide <p>Purification sur :</p> <ul style="list-style-type: none"> - sur colonne SPE (solid phase extraction) aminopropyl, suivie d'une purification sur silice et pouvant être complétée par une purification sur une autre colonne SPE et/ou par perméation de gel <p>Concentration : au Kuderna-Danish ou à l'évaporateur rotatif puis sous flux d'azote</p>		EPA - Méthode 1699 (Décembre 2007)		<p>Pesticides dans l'eau, le sol, les sédiments, les biotes et les tissus par chromatographie gazeuse haute résolution couplée à la spectrométrie de masse haute résolution (GC/MS)</p> <p>Extraction au soxhlet ou au Dean/Stark</p> <p>Purification sur colonne SPE (solid phase extraction) aminopropyl, suivie d'une purification sur silice et pouvant être complétée par une purification sur une autre colonne SPE et/ou par perméation de gel</p> <p>Concentration au Kuderna-Danish ou à l'évaporateur rotatif puis sous flux d'azote</p>	
NF EN ISO 11369 (Novembre 1997)		<p>Dosage de certains agents de traitement des plantes Méthode par chromatographie en phase liquide haute performance (HPLC) avec détection UV après extraction solide-liquide. Cette norme est dédiée aux échantillons d'eaux de consommation et d'eaux souterraines mais peut être étendue aux échantillons d'eau de surface en s'assurant que les taux d'extraction soient déterminés et contrôlés ($\geq 60\%$), et en s'affranchissant de tout interférent pouvant absorber aux longueurs d'ondes choisies pour la détection</p>					
Analyse - Exemples Méthodes analytiques							
Analyse - Norme	Analyse - Intitulé	LQ usuelles [µg/L]	Atteinte NQ/3 [O/N]	Analyse (minéralisats) - Norme	Analyse - Intitulé	LQ usuelles [µg/kg] matière sèche	Atteint NQ/3 [N]
NF EN ISO 10695 (juin 2000) (Qualité de l'eau)	<p>Dosage de certains composés organiques azotés et phosphorés sélectionnés Méthode par chromatographie en phase gazeuse à l'aide d'un détecteur azote/phosphore (GC/NPD)</p> <p>Les analyses doivent être réalisées sur deux colonnes capillaires de polarité différentes. Un spectromètre de masse peut se substituer au détecteur azote/phosphore, auquel cas, une seule colonne capillaire est nécessaire.</p>	<p>Par extraction liquide-liquide GC/NPD : 0,02⁽³⁾ GC/TSD : 0,02⁽³⁾ GC/MS/MS : 0,02⁽³⁾</p> <p>Par extraction solide/liquide GC/MS : 0,03⁽³⁾ GC/TSD : 0,02⁽³⁾</p>	O	NF ISO 11264 (Qualité du sol) (mars 2008)	<p>Dosage des herbicides - Méthode par HPLC avec détection par UV Confirmation des résultats conseillée par détecteur barrette de diodes, ou par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS), ou par chromatographie gazeuse avec détecteur azote/phosphore (GC/NPD), ou par chromatographie gazeuse avec détecteur à émission atomique (GC/AED); certaines méthodes pouvant nécessiter une dérivation</p>	30 ⁽⁶⁾	s.o
EPA - Méthode 1699 (Décembre 2007)	<p>Analyse par chromatographie gazeuse haute résolution couplée à la spectrométrie de masse haute résolution (GC/HRMS) en étalonnage interne avec des étalons marqués.</p>	0,080 ⁽³⁾	O				
NF EN ISO 11369 (Novembre 1997)	<p>Dosage de certains agents de traitement des plantes Méthode par chromatographie en phase liquide haute performance avec détection UV (HPLC/UV) de préférence avec un détecteur à barrette de diode, pour un enregistrement en continu des spectres d'absorption entre 200 nm et 350 nm, ou bien un détecteur capable de contrôler au moins deux longueurs d'ondes différentes.</p>	0,030 ⁽³⁾	O	EPA - Méthode 1699 (Décembre 2007)	<p>Analyse par chromatographie gazeuse haute résolution couplée à la spectrométrie de masse haute résolution (GC/MS) en étalonnage interne avec des étalons marqués.</p>	non renseigné par la méthode.	s.o
Incertitudes - Matrice eau				Incertitudes - Matrice sédiment			
Incertitude usuelle (k=2)	Mode d'estimation			Incertitude usuelle (k=2)	Mode d'estimation		
GC-TSD selon NF EN ISO 10695 : 15% (à une concentration de 0,2-0,9 µg/L sur eau souterraine)	XPT 90-220, approche 2 (contrôle interne)			Non déterminée.	s.o		
Références - Matrice eau				Références - Matrice sédiment			
⁽³⁾ Limites de quantification issues du domaine d'application de la norme ⁽⁴⁾ Données issues de l'INERIS ⁽⁵⁾ LQ couramment constatées				⁽⁶⁾ Limite de quantification issue de données de la norme.			