

SUBSTANCES DE LA DIRECTIVE CADRE EAU



Composé				Formule développée ou élément chimique					
<h2 style="margin: 0;">endosulfan (isomères α et β)</h2>									
Code Sandre		Numéro CAS		Log Kow		Solubilité dans eau [mg/L]			
1743 (Σ α-endosulfan + β-endosulfan) 1178 (α-endosulfan) 1179 (β-endosulfan)		115-29-7 959-98-8 33213-65-9		4,7 (endosulfan α+β) 4,77 pH = 7, 20°C (α-endosulfan) 4,55 pH = 7, 20°C (β-endosulfan)		0,325, 22°C (endosulfan α+β) 0,33 pH = 7, 22°C (α-endosulfan) 0,32 pH = 7, 22°C (β-endosulfan)			
Support de surveillance, fraction à analyser et codes sandre associés									
support	code support	fraction	code fraction	support	code support	fraction	code fraction		
Eau ⁽¹⁾	3	Eau brute	23	sédiment	6	particules < 2 mm ⁽²⁾	32		
NQE [µg/L]				CMA-NQE [µg/L]					
Eaux Souterraines		Eaux de surface intérieures		Autres Eaux de surface		Eaux de surface intérieures			
0,1		0,005		0,0005		0,01			
NQE [µg/L]				CMA-NQE [µg/L]					
0,1		0,005		0,0005		0,01			
NQE [µg/L]				CMA-NQE [µg/L]					
0,1		0,005		0,0005		0,01			
Support de surveillance, fraction à analyser et codes sandre associés									
support	code support	fraction	code fraction	support	code support	fraction	code fraction		
Eau ⁽¹⁾	3	Eau brute	23	sédiment	6	particules < 2 mm ⁽²⁾	32		
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			
.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 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 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 autre matériel intermédiaire éventuel avec l'eau du lieu de prélèvement .Dans tous les cas, vérifier l'absence de polluants dans le flaconnage mis en oeuvre (blanc de flaconnage)		.Flacons compris entre 1 L et 5 L en verre brun non pelliculés prétraités (calcinés 8 H à 500 °C), bouchons à vis avec membrane en aluminium ou en polymères fluorés.		.Ne pas remplir complètement les flacons destinés au laboratoire, les remplir entre 80% et 90% de leur capacité (le prélèvement de l'endosulfan peut nécessiter un prélèvement dédié) .Vérifier la valeur du pH et la corriger juste après le prélèvement à une valeur pH=2 .Si la présence de chlore libre est suspectée (bandelette-test de sensibilité 0,5 mg/L), ajouter 80 mg de thiosulfate de sodium pentahydraté (Na ₂ SO ₄ · 5H ₂ O) pour 1 L d'échantillon dans le récipient juste de prélever .Transporter dans une enceinte réfrigérée à 5 ± 3°C, à l'abri de la lumière, sous un délai de 24 H. .Extraire dès que possible (de préférence dans les 24 H après 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 polymères perfluorés .Les bouchons seront des capuchons vissés avec joints en polymères perfluorés .Dans tous les cas, vérifier l'absence de polluants dans le contenant mis en oeuvre (blanc de flaconnage)	
Au laboratoire - Matrice eau				Au laboratoire - Matrice sédiment					
Prétraitement		Stockage- Conservation		Prétraitement		Stockage- Conservation			
.Nettoyage soigneux de la verrerie utilisée pour l'analyse: au solvant pour la verrerie jaugée (hexane, par exemple) et à 200°C pendant 12 H pour la verrerie non jaugée. .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. .Des blancs de verrerie doivent être réalisés.		. Les échantillons doivent être extraits de préférence dans les 24 H qui suivent le prélèvement . Les extraits de solvants, obtenus à partir des échantillons, peuvent être conservés entre 4 ± 2°C pendant 30 jours		. Mesurer le taux de matière sèche sur une aliquote séparée, au moment de l'analyse, pour exprimer les résultats en µg/kg de matière sèche selon la norme ISO 11465 (1993). . Prélèver un échantillon d'essai représentatif. . En l'absence d'homogénéité suffisante, conformément à l'ISO 14507 (2003) §8.2 Composés volatils (Point d'ébullition < 300°C), pour les échantillons individuels, prélever une ou plusieurs carottes de sédiment dans le récipient de manière à ce que la masse combinée des carottes corresponde à la taille requise de l'échantillon pour essai puis broyer sans séchage chimique préalable par sulfate de sodium anhydre. Ne réaliser aucun prétraitement de l'échantillon et réaliser l'extraction dès que possible pour éviter les pertes de substances		. Les échantillons sont conservés à l'abri de la lumière, à 4 ± 2 °C et doivent être extraits dans les sept jours qui suivent le prélèvement. . Pour les échantillons séchés, la durée de conservation est prolongée à 1 mois.			
Avis AQUAREF sur NQ - Matrice eau				Avis AQUAREF sur NQ - Matrice sédiment					
NQ/3 atteinte		Commentaires LQ		NQ/3 atteinte		Commentaires LQ			
N		.Chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (GC/ECD): non atteignable		N		.Chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (GC/ECD): non atteignable			
Commentaires - Matrice eau				Commentaires - Matrice sédiment					
⁽¹⁾ Du fait de leur caractère hydrophile, les endosulfan sont préférentiellement présents sous forme dissoute (log Kow<3), mais dans le cadre du programme de surveillance il doivent être recherchés dans l'eau brute, la NQE étant fixée dans l'eau brute(substance de l'état chimique).Il n'existe à ce jour pas de NQE sédiment. Pour les substances organiques non volatiles, si les échantillons sont chargés en MEST (≥ 250 mg/L), l'analyse est réalisée séparément sur la phase particulaire et la phase dissoute.				⁽²⁾ selon la norme NF ISO 10382 (mars 2003) précisant la fraction à analyser ⁽³⁾ NQ sédiment : La valeur seuil dans les sédiments est une valeur calculée à partir de la valeur seuil dans l'eau selon [Vssed]=[Vseau]x (0,696 + 0,022 Koc) - Circulaire DCE 2005/12 relative à la définition du "bon état" et à la constitution des référentiels pour les eaux douces de surface, en application de la directive européenne 2000/DCE du 23 octobre 2000, ainsi qu'à la démarche à adopter pendant la phase de transition (2005-2007)					
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	
EPA - Méthode 8081.B (Février 2007- Révision 2) (Echantillons aqueux ou solides)		Pesticides organochlorés par chromatographie gazeuse Extraction: - Extraction liquide/liquide à pH neutre, au dichlorométhane, soit en ampoule à décanter (méthode 3510), soit par extraction liquide-liquide en continu (Méthode 3520), soit par extraction en phase solide (Méthode 3535), ou une autre technique appropriée. - Purification sur alumine (méthode 3610) et/ou sur florissil (méthode 3620) et/ou sur Gel de silice (méthode 3630) et/ou par perméation de gel (méthode 3640) et/ou sur du soufre (méthode 3650).		NF ISO 10382 (mars 2003) (Qualité du sol)		Dosage de pesticides organochlorés et des biphenyls polychlorés Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (GC/ECD) -Extraction solide/liquide par un mélange Acétone/Ether de pétrole.	
EPA - Méthode 508.1 (Révision 2 - 1995) (Echantillons d'eau)		Détermination des Pesticides organochlorés, Herbicides, et Organohalogénés par Extraction sur phase solide et chromatographie en phase gazeuse avec détecteur par capture d'électrons - Extraction de l'eau sur phase solide (disque ou cartouche) puis élution du composé par un mélange acétate d'éthyle/dichlorométhane -Concentration de l'extrait					
NF EN ISO 6468 (février 1997) (Qualité de l'eau)		Dosage de certains insecticides organochlorés, des polychlorobiphényles et des chlorobenzènes Méthode par chromatographie en phase gazeuse après extraction liquide-liquide - Extraction dans le récipient d'échantillonnage puis séparation soit dans une ampoule à décanter soit dans un microséparateur. - Concentration puis purification sur colonne d'alumine/alumine-nitrate d'argent et/ou sur colonne de gel de silice.		EPA - Méthode 8081.B (Février 2007- Révision 2) (Echantillons aqueux ou solides)		Pesticides organochlorés par chromatographie gazeuse - Extraction solide/liquide soit par soxhlet (méthode 3540), soit par soxhlet automatique (méthode 3545), soit par extraction par fluide sous pression (PFE selon méthode 3545), soit par micro-ondes (méthode 3546), soit par ultrasons (méthode 3550), soit par extraction par fluide supercritique (SFE selon méthode 3562) par un mélange hexane/acétone ou un mélange dichlorométhane/acétone. - Purification sur alumine (méthode 3610) et/ou sur florissil (méthode 3620) et/ou sur Gel de silice (méthode 3630) et/ou par perméation de gel (méthode 3640) et/ou sur du soufre (méthode 3650).	
Analyse - Exemples Méthodes analytiques				Analyse - Exemples Méthodes analytiques			
Analyse - Norme	Analyse - Intitulé	LQ usuelles [µg/L]	Atteinte NQ/3 [O/N]	Analyse (minéralisats) - Norme	Analyse - Intitulé	LQ usuelles [mg/kg] matière sèche	Atteinte NQ/3 [N]
NF EN ISO 6468 (février 1997) (Qualité de l'eau)	Dosage de certains insecticides organochlorés, des polychlorobiphényles et des chlorobenzènes Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à capture d'électrons (GC/ECD) après extraction liquide-liquide	α- et β-endosulfan: 0,001 à 0,010 ⁽⁴⁾ α- et β-endosulfan: 0,0024 ⁽⁵⁾	N	NF ISO 10382 (mars 2003) (Qualité du sol)	Dosage de pesticides organochlorés et des biphenyls polychlorés Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (GC/ECD)	alpha-endosulphan: 1,17 ⁽⁶⁾	N
EPA - Méthode 8081.B (Février 2007- Révision 2) (Echantillons aqueux ou solides)	Analyse en chromatographie gazeuse avec détection par capture d'électrons (GC/ECD). Confirmation du résultat soit par analyse en chromatographie gazeuse sur une seconde colonne avec détection sur un second détecteur par capture d'électrons soit par analyse en chromatographie gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC/MS)	Elle n'est pas indiquée dans la méthode, elle doit être définie par le laboratoire.	s.o	EPA - Méthode 8081.B (Février 2007- Révision 2) (Echantillons aqueux ou solides)	Analyse en chromatographie gazeuse avec détection par capture d'électrons (GC/ECD). Confirmation du résultat soit par analyse en chromatographie gazeuse sur une seconde colonne avec détection sur un second détecteur par capture d'électrons soit par analyse en chromatographie gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC/MS).	Elle n'est pas indiquée dans la méthode, elle doit être définie par le laboratoire.	s.o
EPA - Méthode 508.1 (Révision 2 - 1995) (Echantillons d'eau)	Analyse en chromatographie gazeuse avec détection par capture d'électrons (GC/ECD) Confirmation du résultat soit par analyse en chromatographie gazeuse sur une seconde colonne avec détection sur un second détecteur par capture d'électrons soit par analyse en chromatographie gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC/MS)	α-endosulfan: 0,003 ⁽⁴⁾ β-endosulfan: 0,009 ⁽⁴⁾	N				
Incertitudes - Matrice eau				Incertitudes - Matrice sédiment			
Incertitude usuelle (k=2)	Mode d'estimation			Incertitude usuelle (k=2)	Mode d'estimation		
GC/ECD, β endosulfan: selon NF EN ISO 6468 15% (à des concentrations de 0,01µg/L - eau osmosée) ⁽⁵⁾	XP-T-90220, approche 2 (contrôle interne)			Non déterminé	s.o		
Références - Matrice eau				Références - Matrice sédiment			
⁽⁴⁾ Limites de détection issues du domaine d'application de la norme; La méthode est applicable aux échantillons contenant jusqu'à 0,05 g/l de matières en suspension. En présence de matières organiques, de matières en suspension et de colloïdes, les interférences sont plus nombreuses et les limites de détection sont donc plus élevées ⁽⁵⁾ LQ couramment constatées				⁽⁶⁾ Limites de détection issues du domaine d'application de la norme			