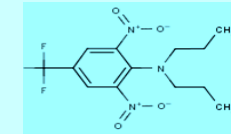


SUBSTANCES DE LA DIRECTIVE CADRE EAU



Trifluraline



Code Sandre	Numéro CAS	Log Kow	Solubilité dans eau [mg/L]
1289	1582-09-8	5,34	1 à 27 °C

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]		NQ [µg/kg] de matière sèche			
Eaux Souterraines	Eaux de surface intérieures	Autres Eaux de surface	Eaux de surface intérieures	Sédiment			
s.o	0,03	0,03	s.o	s.o			

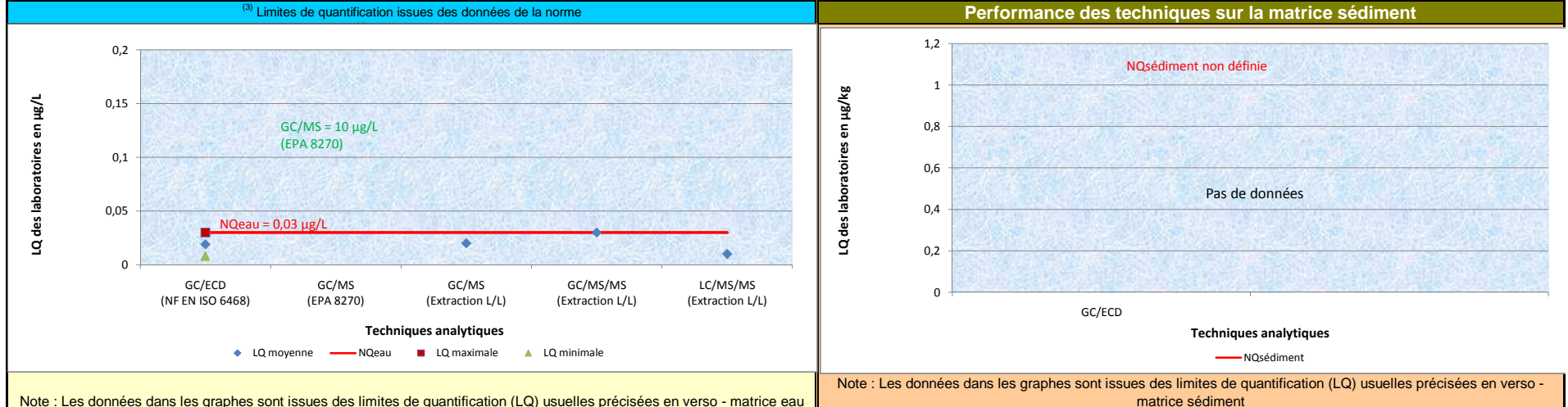
Paramètres à déterminer au préalable	
Matières en suspension	Taux de matière sèche, COT, granulométrie, perte au feu, aluminium, manganèse, fer

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
<p>.Choisir son matériel en fonction de l'objectif du prélèvement, de la nature de l'eau et de la quantité à prélever</p> <p>.Eviter l'utilisation de matériels intermédiaires (entonnoirs, louches etc...) pour le remplissage des flacons</p> <p>.Utiliser un dispositif en verre et en acier inoxydable (les matériaux en plastiques peuvent occasionner une perte de substance à échantillonner).</p> <p>.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</p> <p>.Le matériel de prélèvement est conditionné et nettoyé soigneusement pour le prélèvement</p> <p>.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</p>	<p>.Flacons de 1 L en verre brun ou en verre transparent protégé par une feuille d'aluminium, non pelliculés et prétraités (calcinés 8h à 500 °C), bouchon à vis avec membrane en aluminium ou en polymères perfluorés</p> <p>.Dans tous les cas, vérifier l'absence de polluants dans le flaconnage mis en œuvre (blanc de flaconnage)</p>	<p>.Ne pas remplir complètement les flacons destinés au laboratoire.</p> <p>.Si la présence de chlore libre est suspectée (bandelette-test de sensibilité 0,5 mg/L), ajouter 80 mg de thiosulfate de sodium pentahydraté (Na₂SO₄ · 5H₂O) pour 1 L d'échantillon dans le récipient avant le prélèvement.</p> <p>.Après le prélèvement ajuster à une valeur de pH comprise entre 6 et 9 avec de l'acide chlorhydrique ou de l'hydroxyde de sodium.</p> <p>.Transporter les échantillons à 5 ± 3°C, à l'abri de la lumière, sous un délai de 24 H.</p>	<p>.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...)</p> <p>.Eviter toute contamination de l'échantillon (préserver la propreté de l'équipement d'échantillonnage, le nettoyer entre chaque prélèvement)</p> <p>.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.</p> <p>.Pour ne pas avoir de contamination éventuelle par l'outil, sous-échantillonner en évitant soigneusement les parois de l'outil</p> <p>.Préserver l'intégrité de la surface du sédiment et laisser la possibilité de réaliser un sous-échantillon d'une épaisseur définie</p> <p>.Minimiser le lessivage de l'échantillon en remontant lentement l'outil de prélèvement</p>	<p>.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</p> <p>.Dans tous les cas, vérifier l'absence de polluants dans le contenant mis en œuvre (blanc de flaconnage)</p>	<p>Afin d'éviter les modifications dues à l'activité bactérienne, limiter au maximum l'air dans les échantillons par un remplissage complet du contenant</p> <p>.Transporter les échantillons à 5 ± 3°C, à l'abri de la lumière, dans les 24 H maximum</p>

Au laboratoire - Matrice eau		Au laboratoire - Matrice sédiment	
Prétraitement	Stockage- Conservation	Prétraitement	Stockage- Conservation
<p>.Nettoyage soigneux de la verrerie utilisée pour l'analyse:</p> <p>- pour la verrerie jaugée : à l'aide d'un agent nettoyant puis au solvant (dichlorométhane, par exemple)</p> <p>- pour la verrerie non jaugée par calcination à 500°C pendant 8 H</p> <p>.Remise à température ambiante en vue de l'analyse</p> <p>.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)</p> <p>.Des blancs de verrerie doivent être réalisés.</p>	<p>. Les échantillons doivent être extraits de préférence dans les 48 H qui suivent le prélèvement.</p> <p>. Les extraits de solvants obtenus à partir des échantillons, peuvent être conservés à 4 ± 2°C pendant 5 jours.</p>	<p>.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 µg/kg pour la fraction matière sèche de particules < 2 mm.</p> <p>.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)</p> <p>.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)</p>	<p>.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.</p> <p>.Conservation des échantillons 7 j maximum sans prétraitement.</p>

Avis AQUAREF sur NQ - Matrice eau		Avis AQUAREF sur NQ - Matrice sédiment	
NQ/3 atteinte	Commentaires LQ	NQ/3 atteinte	Commentaires LQ
<p>.LC/MS/MS : O</p> <p>.GC/ECD : O et N</p> <p>.GC/MS/MS : N</p> <p>.GC/MS : N</p>	<p>.Chromatographie liquide couplée à un spectromètre de masse en tandem (LC/MS/MS) : atteignable</p> <p>.Chromatographie en phase gazeuse - détecteur à capture d'électrons (GC/ECD) : difficilement atteignable</p> <p>.Chromatographie en phase gazeuse - spectrométrie de masse en tandem (GC/MS/MS) : non atteignable</p> <p>.Chromatographie en phase gazeuse haute résolution - spectromètre de masse haute résolution (GC/MS) : non atteignable</p>	s.o	s.o

Commentaires - Matrice eau	Commentaires - Matrice sédiment
<p>⁽¹⁾ La trifluraline est préférentiellement présente dans le support sédiment (logKow>5), mais dans le cadre du programme de surveillance elle est également recherchée dans le support eau</p> <p>Selon la circulaire DCE 2006/16, pour les substances organiques non volatiles et les échantillons chargés en MEST (≥ 250 mg/L), l'analyse est réalisée sur l'eau brute (phase particulaire + phase dissoute)</p>	<p>⁽²⁾ selon la norme NF ISO 11264 précisant la fraction à analyser</p>



Note : Les données dans les graphes sont issues des limites de quantification (LQ) usuelles précisées en verso - matrice eau

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)		Dosage de certains composés organiques azotés et phosphorés sélectionnés Méthodes par chromatographie en phase gazeuse - extraction liquide/liquide applicable aux échantillons d'eaux 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 peuvent donc être plus élevées - extraction liquide/solide applicable aux échantillons d'eaux contenant des concentrations en masse du composé étudié \geq 0,05 µg/l environ. Les interférences surviennent 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 %		NF ISO 11264 (mars 2008) (Qualité du sol)		Dosage des herbicides Méthode par HPLC avec détection par UV - Extraction solide/liquide par agitation avec un mélange acétone/dichlorométhane en milieu aqueux contrôlé, puis concentration de la phase organique isolée. - Le remplacement du dichlorométhane par de l'éther de pétrole peut, dans le cas de certains sols, biaiser les résultats (biais négatif).	
NF EN ISO 6468 (février 1997) (Qualité de l'eau) ⁽⁶⁾		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		NF ISO 10382 (mars 2003) (Qualité du sol) ⁽⁷⁾		Dosage de pesticides organochlorés et des biphényles 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 8270D (Revision 4 -Février 2007)		Composés organiques semi-volatils par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse -Extraction liquide/liquide à pH neutre, au dichlorométhane, en ampoule à décanter (méthode 3510) -Extraction liquide-liquide en continu (Méthode 3520) -Extraction en phase solide (Méthode 3535) Puis purification : -sur alumine (méthode 3610 ou 3611) -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 cuivre ou du TBA-sulfite (méthode 3660)		EPA - Méthode 8270D (Revision 4 -Février 2007)		Composés organiques semi-volatils par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse Extraction : - Extraction solide/liquide soit par soxhlet (méthode 3540), soit par soxhlet automatique (méthode 3541), soit par extraction par fluide sous pression (PFE selon méthode 3545), soit par micro-ondes (méthode 3546), soit par ultra-sons (méthode 3550), soit par extraction par fluide supercritique (SFE selon méthode 3560 ou 3561) - 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)	
EPA - Méthode 8091 (Décembre 1996)		Nitroaromatiques et cétones cycliques par chromatographie gazeuse Extraction liquide/liquide à une valeur de pH comprise entre 5 et 9, au dichlorométhane -soit en ampoule à décanter (méthode 3510) -soit en continu (Méthode 3520) Puis purification : - sur florissil (méthode 3620) -et/ou par perméation de gel (méthode 3640) -et/ou sur du cuivre ou du TBA-sulfite (méthode 3660) Substitution du dichlorométhane par de l'hexane, au Kudema-Danish.		EPA - Méthode 8091 (Décembre 1996)		Nitroaromatiques et cétones cycliques par chromatographie gazeuse Les échantillons sont extraits en utilisant, selon le cas, une des méthodes d'extraction pour les matières solides énumérées dans la série 3500 Puis purification : - sur florissil (méthode 3620) -et/ou par perméation de gel (méthode 3640) -et/ou sur du cuivre ou du TBA-sulfite (méthode 3660) Substitution du dichlorométhane par de l'hexane, au Kudema-Danish.	
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 [µg/kg] matière sèche	Atteint NQ/3 [N]
NF EN ISO 10695 (juin 2000) (Qualité de l'eau)	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) 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	Par extraction liquide-liquide : GC/MS/MS : 0,03 ⁽⁵⁾ GC/ECD : 0,008 à 0,03 ⁽⁵⁾ GC/MS : 0,02 ⁽⁵⁾	GC/MS/MS : N GC/ECD : O et N GC/MS : N	NF ISO 11264 (Qualité du sol) (mars 2008)	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	s.o	s.o.
NF EN ISO 6468 (février 1997) (Qualité de l'eau) ⁽⁶⁾	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 Confirmation des résultats par analyse, soit sur une seconde colonne avec une phase stationnaire de polarité différente, soit par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC/MS)	0,005 ⁽⁴⁾ 0,008 à 0,030 ⁽⁵⁾	O O et N	NF ISO 10382 (mars 2003) (Qualité du sol) ⁽⁷⁾	Dosage de pesticides organochlorés et des biphényles polychlorés Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (GC/ECD)	s.o	s.o.
EPA - Méthode 8270D (Revision 4 -Février 2007)	Composés organiques semi-volatils par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse	10 ⁽³⁾ 0,02 ⁽⁵⁾	N	EPA - Méthode 8270D (Revision 4 -Février 2007)	Composés organiques semi-volatils par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse	660 (masse humide)	N
EPA - Méthode 8091 (Décembre 1996)	Nitroaromatiques et cétones cycliques par chromatographie gazeuse. Méthode par chromatographie en phase gazeuse (GC) à l'aide d'un détecteur azote/phosphore (NPD) ou d'un détecteur à capture d'électron (ECD) Confirmation des résultats par analyse, soit sur une seconde colonne avec une phase stationnaire de polarité différente, soit par chromatographie en phase gazeuse (GC) couplée à un spectromètre de masse (MS), soit en utilisant un détecteur différent	GC/ECD : 0,008 à 0,02 ⁽⁵⁾	O et N	EPA - Méthode 8091 (Décembre 1996)	Nitroaromatiques et cétones cycliques par chromatographie gazeuse. Méthode par chromatographie en phase gazeuse (GC) à l'aide d'un détecteur azote/phosphore (NPD) ou d'un détecteur à capture d'électrons (ECD) Confirmation des résultats par analyse, soit sur une seconde colonne avec une phase stationnaire de polarité différente, soit par chromatographie en phase gazeuse (GC) couplée à un spectromètre de masse (MS), soit en utilisant un détecteur différent	s.o	s.o
Incertitudes - Matrice eau				Incertitudes - Matrice sédiment			
Incertitude usuelle (k=2)	Mode d'estimation			Incertitude usuelle (k=2)	Mode d'estimation		
GC/ECD, selon NF EN ISO 6468 : 20% (à une concentration de 0,020 µg/L- eau osmosée) ⁽⁴⁾	XPT 90-220, approche 2 (contrôle interne)			s.o	s.o		
Références - Matrice eau				Références - Matrice sédiment			
⁽³⁾ Limites de quantification issues des données de la norme ⁽⁴⁾ Données INERIS ⁽⁵⁾ LQ couramment constatées ⁽⁶⁾ Bien que la trifluraline ne fasse pas formellement partie du champ d'application de ces normes, ces méthodes peuvent être aisément adaptées et validées				⁽⁷⁾ Bien que la trifluraline ne fasse pas formellement partie du champ d'application de ces normes, ces méthodes peuvent être aisément adaptées et validées.			