

# JOURNÉES THÉMATIQUES "ANALYSE DES CHLOROALCANES / ANALYSE DES COMPOSES PERFLUORÉS"

**I-A-02 : Amélioration des pratiques intégrées des  
opérateurs en prélèvement et analyses chimiques**

**M.P. Strub, F. Lestremau**  
Décembre 2012

Programme scientifique et technique  
Année 2012

Document final



## Contexte de programmation et de réalisation

---

Ce rapport a été réalisé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2012.

Auteur (s) :

*Marie-Pierre Strub*  
INERIS  
[Marie-pierre.strub@ineris.fr](mailto:Marie-pierre.strub@ineris.fr)

*François Lestremau*  
INERIS  
[Francois.lestremau@ineris.fr](mailto:Francois.lestremau@ineris.fr)

---

Vérification du document :

*Anne Morin*  
AQUAREF  
[Anne.morin@ineris.fr](mailto:Anne.morin@ineris.fr)

## Les correspondants

---

Onema : Pierre-François Staub  
[pierre-francois.straub@onema.fr](mailto:pierre-francois.straub@onema.fr)

INERIS : François Lestremau  
[francois.lestremau@ineris.fr](mailto:francois.lestremau@ineris.fr)

Référence du document : M.P. Strub, F. Lestremau - JOURNÉES THÉMATIQUES "ANALYSE DES CHLOROALCANES / ANALYSE DES COMPOSES PERFLUORES"- Rapport AQUAREF 2012 - 170 p.

<b>Droits d'usage :</b>	<i>Accès libre</i>
Couverture géographique :	
Niveau géographique :	<b>National</b>
Niveau de lecture :	<b>Donneurs d'ordre, experts analystes</b>
Nature de la ressource :	<b>Support de formation</b>

## SOMMAIRE

---

1. GLOSSAIRE.....	9
2. CONTEXTE .....	9
3. ORGANISATION DES SESSIONS.....	11
4. EXPLOITATION DE L'ENQUÊTE DE SATISFACTION .....	11
4.1 Mode de diffusion de l'information.....	11
4.2 Appréciations générales.....	11
4.3 Pérennisation.....	11
5. CONCLUSIONS .....	15
6. REFERENCES .....	15
7. LISTE DES ANNEXES .....	15

### Liste des annexes :

---

Annexe 1	Programme des sessions d'échange
Annexe 2	Bulletin d'inscription
Annexe 3	Formulaire d'enquête de satisfaction
Annexe 4	Support « Analyse des PFCs »
Annexe 5	Support « Analyse des SCCP »

## RESUME

L'analyse des chloroalcanes à chaînes courtes (SCCP) dans les milieux aquatiques est particulièrement difficile en raison de leur forme chimique. En effet, sous ce terme générique sont regroupées près de 7 000 substances présentant des structures chimiques voisines mais différentes, et des teneurs en chlore elles aussi variables. Lors d'études antérieures menées entre 2005 et 2009 par l'INERIS, il a été démontré que le choix de l'étalon de mesure, s'il présentait une répartition des homologues et un taux de chloration trop différents de ceux de l'analyte, pouvait conduire à des biais de mesure pouvant atteindre 400 %. Par sa contribution active aux travaux de normalisation menés entre 2009 et 2012 par le comité ISOTC147 « qualité de l'eau » sur le sujet, l'INERIS a contribué à la publication de la norme NF ISO 12010 « Qualité de l'eau - Détermination des alcanes polychlorés à chaîne courte (SCCP) dans l'eau - Méthode par chromatographie gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) avec ionisation chimique négative (ICN) » qui propose une méthode fiable pour un dosage représentatif des SCCP dans les eaux naturelles et résiduaires.

Toutefois, le profil d'un mélange émis dans l'environnement ne pouvant être décrit par une unique substance étalon, la fiabilité des données reste subordonnée à une application rigoureuse du protocole. Or celui-ci comporte une étape d'étalonnage multivarié « en 3 dimensions » qui constitue un frein psychologique à l'adoption de la méthode dans certains laboratoires. L'objectif de cette journée d'information est de lever cet obstacle.

Les composés perfluorés (PFCs), quant à eux, répondent à un protocole analytique plus classique. Cependant, leurs propriétés intrinsèques, et en particulier leur caractère amphiphile (à la fois hydrophile et hydrophobe), associées à leur large utilisation pour l'amélioration des propriétés de surface de certaines pièces d'appareillage en échantillonnage ou en chimie analytique, impliquent des précautions particulières afin de maîtriser la contamination des échantillons au moment du prélèvement, de la préparation ou de l'analyse.

Afin de partager les avancées obtenues par AQUAREF dans le domaine de l'analyse de ces deux familles de polluants, l'INERIS a proposé, sous l'égide d'AQUAREF, deux sessions d'information, de deux demi-journées chacune, visant à permettre aux laboratoires prestataires :

- de se familiariser avec l'étalonnage multivarié mis en œuvre par la norme NF EN ISO 12010, afin de faire évoluer leurs pratiques en vue d'une meilleure convergence des résultats analytiques destinés à la surveillance,
- de gagner en efficacité lors de l'introduction du dosage des PFCs dans le catalogue de leurs prestations.

Ce rapport fait le point du déroulement de ces deux sessions, au travers de l'exploitation de l'enquête de satisfaction, et propose des développements dans le cadre des échanges entre AQUAREF et les laboratoires prestataires.

### Mots clés (thématique et géographique) :

Analyse, composés perfluorés, PFC, PFOS, PFOA, chloroalcanes SCCP



ABSTRACTS

The analysis of short chains chloroalkanes (SCCP) in aquatic media is particularly difficult because of their chemical form. Indeed, under this generic term are gathered nearly 7.000 substances presenting similar but different chemical structures and variable chlorine contents. In former studies undertaken between 2005 and 2009 by INERIS, it has been shown that the selection of the measuring reference substance, when it had a congener distribution and a chlorine content too different from those of the analyte, could lead to bias of measurement reaching up to 400%. By its active contribution to the standardization work undertaken between 2009 and 2012 by committee ISOTC147 "quality of water" on the topic, INERIS contributed to the publication of standard ISO 12010 "Water quality – Determination of short-chain polychlorinated alkanes (SCCPs) in water – Method using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and negative-ion chemical ionization (NCI)" which prescribes a reliable method for a representative determination of the SCCP in natural and waste water.

However, the profile of a mixture emitted in the environment cannot be described by a single substance standard and the reliability of the data remains subordinate to a rigorous application of the protocol. This one comprises a stage of multivariate "tridimensional" calibration which constitutes a psychological barrier to the adoption of the method in certain laboratories with limited competences in mathematics and data processing.

PFCs, as for them, belong to a more traditional analytical protocol. However, their intrinsic properties, and in particular their amphiphilic character, as well as their broad use for the improvement of the surface properties of certain parts of sampling or chemical analytical equipment, imply particular precautions in order to control the contamination of the samples at the time of sampling, preparation or analysis.

In order to share the progresses obtained by AQUAREF in the field of the analysis of these two families of pollutants, the INERIS proposed, in scope of AQUAREF, two sessions of information, two half-days each one, aiming at allowing the laboratories:

- to get familiarized with the multivariate calibration implemented by standard NF EN ISO 12010, in order to make evolve their practices for a better convergence of the analytical results intended for the monitoring,
- to gain in effectiveness during the introduction of the determination of PFCs into the catalogue.

This report gives a description of the course of these two sessions, through the exploitation of the satisfaction enquiry, and proposes developments in the framework of the exchanges between AQUAREF and the laboratories.

**Key words (thematic and geographical area):**

Analysis, perfluorinated compounds, PFC, PFOS, PFOA, chloroalkane, SCCP

## PRÉAMBULE

Le présent rapport a été établi sur la base des informations fournies à l'INERIS, des données (scientifiques ou techniques) disponibles et objectives et de la réglementation en vigueur.

La responsabilité de l'INERIS ne pourra être engagée si les informations qui lui ont été communiquées sont incomplètes ou erronées.

Les avis, recommandations, préconisations ou équivalents qui seraient portés par l'INERIS dans le cadre des prestations qui lui sont confiées, peuvent aider à la prise de décision. Etant donné la mission qui incombe à l'INERIS de par son décret de création, l'INERIS n'intervient pas dans la prise de décision proprement dite. La responsabilité de l'INERIS ne peut donc se substituer à celle du décideur.

Le destinataire utilisera les résultats inclus dans le présent rapport intégralement ou sinon de manière objective. Son utilisation sous forme d'extraits ou de notes de synthèse sera faite sous la seule et entière responsabilité du destinataire. Il en est de même pour toute modification qui y serait apportée.

L'INERIS dégage toute responsabilité pour chaque utilisation du rapport en dehors de la destination de la prestation.

	<b>Rédaction</b>	<b>Vérification</b>	<b>Approbation</b>
<b>NOM</b>	M.P STRUB F. LESTREMAU	O. AGUERRE-CHARIOL	N. ALSAC
<b>Qualité</b>	Ingénieurs au Pôle « Caractérisation de l'Environnement » Direction des Risques Chroniques	Responsable de l'Unité « Innovation pour la Mesure » Direction des Risques Chroniques	Responsable du Pôle « Caractérisation de l'Environnement » Direction des Risques Chroniques
<b>Visa</b>			

## 1. GLOSSAIRE

- SCCP : short chain chlorinated paraffins (chloroalcanes à chaîne courte C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub>)
- PFCs : composés perfluorés (PerFluorinated organic Compounds)
- PFOS : ion perfluoro octane sulfonate
- PFOA : acide perfluoro octane sulfonique
- GC/MS : chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse

## 2. CONTEXTE

La thématique des journées d'information, destinée à contribuer à la diffusion auprès des laboratoires prestataires des travaux d'AQUAREF relatifs aux méthodes d'analyse, a été focalisée en 2012 sur des polluants pour lesquels l'intérêt des autorités en charge de la protection des milieux aquatiques est récent : les SCCP (chloroalcanes à chaîne courte C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub>) ont été inscrits en 2000 dans la DCE sans qu'aucune méthode d'analyse ne soit à cette date disponible pour leur surveillance, et les PFCs (PFCs : PerFluorinated organic Compounds) ont été retenus pour rejoindre la liste des substances dangereuses prioritaires lors de la prochaine révision de la liste des substances prioritaires de la DCE.

Les composés alkyles perfluorés sont des substances chimiques d'origine exclusivement anthropique constituées d'une chaîne carbonée (en C<sub>4</sub> à C<sub>10</sub>) perfluorée hydrophobe, et d'un groupement fonctionnel hydrophile.

Les PFCs ont des propriétés tensio-actives et trouvent ainsi des applications très diverses : substances hydrofuges, oléofuges, anti-salissures et imperméables aux graisses dans l'industrie textile au sens large, les accessoires ménagers et les emballages. Ils participent également à la formulation d'agents tensio-actifs, de détergents, d'émulsifiants, de mouillants, de dispersants et de mousses extinctrices.

Ils sont principalement émis dans les eaux de surface via les effluents des stations d'épuration des eaux industrielles (85 % des émissions), mais aussi urbaines en raison de la dégradation des biens de consommation qui en renferment [1].

Les propriétés physico-chimiques particulières des PFCs tiennent à leur résistance à toute forme de dégradation. Ils sont ainsi particulièrement persistants et bioaccumulés par les organismes aquatiques.

Des méthodes de caractérisation fiables doivent être mises en œuvre afin de permettre la mesure des PFCs dans les milieux environnementaux. Cependant, ce type d'analyse peut être délicat car des contaminations peuvent intervenir de par leur omniprésence dans le matériel analytique employé.

La norme ISO 25101 :2009 relative à la mesure du PFOA et du PFOS dans l'eau potable, l'eau souterraine et les eaux de surface dans des échantillons non filtrés a été considérée par la commission de normalisation T91M comme ne présentant pas suffisamment de robustesse. C'est pourquoi, dans le cadre d'Aquaref, des méthodes ont été développées en 2008 pour l'analyse des perfluorés PFOA et PFOS dans les eaux<sup>1,2</sup>, boues<sup>3</sup> et en 2011 dans les biotes<sup>4</sup>.

---

<sup>1</sup> ISO 25101 :2009 : Qualité de l'eau - Détermination du sulfonate de perfluorooctane (PFOS) et de l'octanoate perfluoré (PFOA) - Méthode par extraction en phase solide et chromatographie liquide/spectrométrie de masse pour des échantillons non filtrés

Les chloroalcanes, ou paraffines chlorées, sont des mélanges de n-alcanes polychlorés, produits par la réaction du chlore avec certaines fractions de paraffines issues de la distillation du pétrole. La longueur de la chaîne carbonée des produits commerciaux est généralement comprise entre C<sub>10</sub> et C<sub>30</sub>. Ils sont présentés par une formule générique C<sub>x</sub>H<sub>(2x+2-y)</sub>Cl<sub>y</sub>. Leur teneur en chlore est généralement comprise entre 40 et 70 % en masse.

On distingue plus particulièrement les chloroalcanes à chaîne courte (X=10 à 13), qui sont réglementés et plus couramment appelés paraffines chlorées à chaîne courte (Short Chain Chlorinated Paraffin: SCCP).

Au travers de la possibilité de varier la longueur de la chaîne carbonée et le pourcentage de chlore, les SCCP offrent une gamme de propriétés très différentes et sont ainsi employés dans de nombreuses applications industrielles. Ils sont le plus couramment utilisés comme fluides d'usinage de métaux (fluides de refroidissement et lubrification), retardateurs de flamme, imperméabilisants de textiles ou additifs des peintures, mastics et adhésifs et constituent, de ce fait, une classe de micropolluants largement répandus dans l'environnement.

Les SCCP sont considérés comme particulièrement nocifs : ils sont classés comme très toxiques pour les organismes aquatiques et cancérigènes. La directive 98/98/CE les classe dans les substances dangereuses pour l'environnement, nocives et cancérigènes catégorie 3. Ils font partie de la liste des substances dangereuses prioritaires selon la directive cadre eau et leurs rejets doivent être à terme supprimés.

La norme NF EN ISO 12010 concernant la mesure des SCCP dans les eaux est applicable aux eaux de surface, souterraines, potables ainsi qu'aux eaux de rejet. Elle recommande un étalonnage avec un modèle combinant 2 ions différents et une régression linéaire multiple, modèle capable de refléter le comportement d'échantillons comportant des taux de chlore différents. Ce modèle est néanmoins peu habituel, plus difficilement représenté graphiquement et demande un temps d'adaptation. Ceci a eu pour conséquence le développement de nombreuses « méthodes internes » perçues comme moins complexes dans les laboratoires prestataires. Cependant, les études menées depuis 2005 ont conclu à l'existence des biais de mesure pouvant aller jusqu'à 400 % quand la méthode de mesure n'intègre pas l'étalonnage multivarié [2].

Afin de partager les avancées obtenues par AQUAREF dans le domaine de l'analyse de ces deux familles de polluants, l'INERIS a proposé, sous l'égide d'Aquaref, deux sessions d'information, de deux demi-journées chacune, visant à permettre aux laboratoires prestataires :

- de se familiariser avec l'étalonnage multivarié mis en œuvre par la norme NF EN ISO 12010, afin de faire évoluer leurs pratiques en vue d'une meilleure convergence des résultats analytiques destinés à la surveillance,
- de gagner en efficacité lors de l'introduction du dosage des PFCs dans le catalogue de leurs prestations.

Ce rapport fait le point du déroulement de ces deux sessions, au travers de l'exploitation de l'enquête de satisfaction, et propose des développements dans le cadre des échanges entre AQUAREF et les laboratoires prestataires.

---

<sup>2</sup> AQUAREF Fiche méthode MA-09 « perfluorés dans les eaux »

<sup>3</sup> AQUAREF Fiche méthode MA-28 « Famille des Composés perfluorés PFCs -Méthode d'analyse dans les boues

<sup>4</sup> AQUAREF Fiche méthode MA-46 Composés perfluorés PFCs Méthode d'analyse dans les biotes

### **3. ORGANISATION DES SESSIONS**

La programmation des sessions a été annoncée par le biais du site AQUAREF, des associations de laboratoires (ASLAE, ALCESE, COPREC), et des commissions de normalisation « qualité de l'eau - analyse physico-chimique » dépendant de la commission T90A.

Les pages correspondantes du site AQUAREF ont été consultées environ 190 fois, le programme (Annexe 1) chargé 150 fois environ, et le bulletin d'inscription (Annexe 2) 48 fois.

Les sessions, conformes au programme distribué sur le site AQUAREF, se sont déroulées les :

- 13 septembre 2012 : 6 participants (11 inscrits – une grève des transports ferroviaires a empêché les participants originaires du ¼ sud-est de la France de rejoindre Paris, donc Verneuil) ;
- 15 novembre 2012 : 10 participants.

Tous les participants représentent des laboratoires prestataires, avec 12 raisons sociales différentes, dont 8 laboratoires publics.

Lors de chaque session, nous avons noté que la discussion s'était facilement engagée, non seulement entre l'orateur et les participants, mais aussi entre participants, lesquels font librement part de leur expérience sans qu'aucune attitude protectionniste ne soit observée.

Une enquête de satisfaction (Annexe 3) a été distribuée à la fin de chaque session, 15 formulaires nous ont été remis ou retournés.

### **4. EXPLOITATION DE L'ENQUÊTE DE SATISFACTION**

#### **4.1 MODE DE DIFFUSION DE L'INFORMATION**

Parmi les moyens d'information qui leur ont permis d'avoir connaissance du déroulement des journées techniques, 7 participants citent le site AQUAREF, 1 la distribution de plaquettes à l'occasion d'autres événements, et 6 d'autres sources, en particulier le mailing Afnor. Notons qu'aucun ne fait référence au relais des associations de laboratoires.

Si le site [www.aquaref.fr](http://www.aquaref.fr) est le mode de diffusion ayant permis l'information le plus souvent cité, en revanche, l'enquête ne permet pas d'affirmer qu'il soit le mode d'information primaire : les personnes interrogées ont-elles été rechercher spontanément cette information dans le site, ou bien l'ont-elles fait après avoir reçu une invitation à le faire par d'autres canaux ? Il semble donc prudent de continuer à utiliser tous les modes de diffusion d'information accessibles pour de futurs événements du même type, d'autant que le nombre de visites sur la page concernée du site [www.aquaref.fr](http://www.aquaref.fr) correspond assez bien au nombre de personnes touchées par un mailing Afnor.

#### **4.2 APPRECIATIONS GENERALES**

15 participants jugent l'organisation de ces journées utiles. Les questionnaires reçus soulignent unanimement la satisfaction d'avoir trouvé un espace de partage libre, à la fois des avancées d'AQUAREF et des expériences individuelles.

#### **4.3 PERENNISATION**

5 laboratoires ont envoyé des participants en 2011 et en 2012. Ceux-ci sont en général des personnes différentes.

100 % des participants expriment le souhait de la pérennité de ce type de rencontres, à une fréquence annuelle (12) ou semestrielle (3). En revanche 2 participants sur 16 seulement (contre 4 sur 26 en 2011) accepteraient de prendre une part active dans leur animation.

Parmi les sujets d'intérêt cités, on trouve, par ordre de préférence :

Thème	Score d'intérêt <sup>5</sup>	
	2012	2011
PBDEs	100	100
alkylphénols	85	100
composés perfluorés	(programme 2012)	57
chloroalcanes	(programme 2012)	57
résidus médicamenteux	35	57
ammoniums quaternaires	27	9
IHV	23	9
Analyses pour le RSDE	19	/
Toxaphène, hexabromocyclododécane (HBCDD)	19	/
Pesticides, chlorophénols	12	/
Utilisation des SBSE	8	/
métaux aux niveaux de la DCE	4	17
préleveurs passifs	4	9
micropolluants émergents (susceptibles de réglementation à court ou moyen terme),	/	17
prise en compte des MES	/	17
analyse des sédiments	/	4

On notera l'influence de l'actualité réglementaire dans ces préoccupations, mais aussi une absence de différenciation des champs d'exercice de l'analyse des eaux. En effet, les journées techniques AQUAREF sont destinées à accompagner l'amélioration de la qualité des données de surveillance environnementales des milieux. Elles ne sont pas destinées à traiter des particularités de l'analyse des rejets, à l'exception peut-être du cas particulier de STEU, et en tout état de cause pas des conditions de l'exercice RSDE.

Les participants ayant émis ce souhait, un laboratoire privé et un laboratoire public, ont vraisemblablement amalgamé INERIS-partenaire AQUAREF et INERIS-opérateur RSDE<sup>6</sup>.

Certaines demandes exprimées en 2011 se sont amenuisées ou éteintes :

<sup>5</sup> Indice d'intérêt des participants pour le sujet, calculé à partir de la fréquence et du rang de citation des sujets, normalisé à 100 pour les sujets les plus demandés. Mode de calcul identique à celui appliqué en 2011

<sup>6</sup> Une action répondant à leur demande est en cours, au travers des travaux du SGT-8 : la problématique est donc couverte. Il ne semble pas opportun de modifier le tour de table du SGT-8 par l'intégration récurrente de nouveaux membres, mais d'en diffuser régulièrement les avancées.

- métaux aux niveaux de concentrations DCE
- micropolluants émergents (susceptibles de réglementation à court ou moyen terme), peut-être en raison de la stabilisation de la liste de substances susceptibles de rejoindre la DCE autour d'un ensemble identifié,
- prise en compte des MES,
- analyse des sédiments,

sans que l'on puisse toutefois expliquer sans équivoque les raisons de cette baisse. Par exemple, les participants qui avaient exprimé en 2011 le souhait d'une session consacrée à l'analyse des métaux n'étaient pas présents en 2012, malgré que leurs laboratoires soient représentés : s'agit-il de l'extinction du problème par une amélioration technique dans les laboratoires ou de l'expression de préoccupations liées à l'activité des individus ?

D'autres perdurent, avec parfois une modification de leur hiérarchisation :

- les résidus médicamenteux, toujours cités, ont fait l'objet de la rédaction d'un texte normatif<sup>7</sup>, et il semble pertinent de laisser s'installer quelques années de pratique avant de refaire le point de son application ;
- les pesticides du type « ammonium quaternaires » sont cités cette année avec un niveau d'intérêt supérieur à celui de 2011, ce qui explique leur progression. Néanmoins aucune exigence réglementaire ne touche les eaux environnementales ;
- la détermination de l'IHV (application de la norme XP T90-114), bien que concernant majoritairement les rejets, pourra être envisagée de préférence après le réexamen de la norme, à engager sur 2013-2014. Une participation des laboratoires intéressés aux travaux de normalisation pourra aussi constituer une forme de réponse.

Des sujets (SBSE, toxaphène) émergent, mais avec un intérêt qui demande à être confirmé.

Enfin, la demande est toujours la plus importante pour les PBDE (problématique de la prise en compte des MES) et pour les alkylphénols (problématiques du choix des substances de référence).

6 participants sur 16 seraient volontaires pour des travaux en groupes restreints sur l'un ou plusieurs des sujets cités, contre 12 sur 23 en 2011.

Cette baisse peut être interprétée par rapport à la typologie des participants 2012 : les participants sont pour une forte proportion des techniciens de laboratoires, en raison du caractère très opérationnel de la thématique SCCP, et ils ne sont pas décisionnaires sur une éventuelle participation à d'autres travaux.

---

<sup>7</sup> XP T90-223 : « Qualité de l'eau - Dosage de certains résidus médicamenteux dans la fraction dissoute des eaux - Méthode par extraction en phase solide et analyse par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse (MS/MS) »



## **5. CONCLUSIONS**

Le principe des journées thématiques reste validé par le taux de fréquentation et la satisfaction exprimée par les participants. Elles constituent un espace stable dans lequel inscrire les débats relatifs aux techniques analytiques et aux implications réglementaires qui en découlent, identifié comme tel par les laboratoires prestataires, et participant à l'organisation de la communication entre leur communauté et les gestionnaires de l'eau.

Dans l'esprit d'apporter une réponse à certaines de ces demandes, l'INERIS organisera en 2013 :

- une à deux sessions du même type sur le thème de l'analyse des PBDEs, ainsi que des alkylphénols, et
- deux réunions du « SGT 8 : analyse des eaux résiduaires » au cours desquelles les spécificités de l'analyse des rejets seront abordés.

## **6. REFERENCES**

[1] Prevedouros K., Cousins I.T., Buck R.C., Korzeniowski S.H. (2006) Sources, fate and transport of perfluorocarboxylates. *Environmental Science and Technology* 40 : 32-44.

[2] Geiss S., Einax J.W., Scott S.P., Determination of the Sum of Short Chain Polychlorinated n-Alkanes with a Chlorine Content of Between 49 and 67% in Water by GC-ECNI-MS and Quantification by Multiple Linear Regression (2010) *Clean-Soil Air Water*, 38 , 57-76

## **7. LISTE DES ANNEXES**

<b>Repère</b>	<b>Désignation</b>	<b>Nombre de pages</b>
Annexe 1	Programme des sessions d'échange	2
Annexe 2	Bulletin d'inscription	2
Annexe 3	Formulaire d'enquête de satisfaction	2
Annexe 4	Support de formation « Analyse des PFCs »	63
Annexe 5	Support de formation « Analyse des SCCP »	86



# **ANNEXE 1**

---

Programme des sessions d'échange



**AQUAREF**, laboratoire national de référence pour la surveillance des milieux aquatiques, est né de la nécessité de renforcer l'expertise française dans le domaine de la surveillance des milieux aquatiques à partir de la mise en réseau des compétences et des capacités de recherche des cinq établissements publics directement concernés :

**BRGM, Ifremer, INERIS, Irstea et LNE**

Organisé autour de 2 des axes forts de la directive cadre sur l'eau (DCE), la chimie et l'hydrobiologie, le laboratoire de référence a pour objectif d'appuyer les pouvoirs publics autour de 2 domaines au cœur de la surveillance des milieux aquatiques :

**La qualité de la donnée**

**Le devenir de la surveillance des milieux aquatiques**

Plus d'informations sur [www.aquaref.fr](http://www.aquaref.fr)

L'inscription à cette journée, **comprenant le déjeuner**, est **gratuite**. Pour assurer la qualité des échanges lors de la visite des laboratoires, le **nombre de participants est limité à 14** par session. En raison de la modularité de la journée, merci de compléter le formulaire d'inscription en ligne pour permettre une meilleure prise en compte de vos souhaits. L'INERIS se réserve la possibilité de reporter la journée en cas de participation insuffisante.

Inscriptions : [marie.veillot@ineris.fr](mailto:marie.veillot@ineris.fr)

Contact : [marie-pierre.strub@ineris.fr](mailto:marie-pierre.strub@ineris.fr)

### ⇒ Accès à l'INERIS, Verneuil

**Par les transports en commun :**

- Par le train depuis PARIS Gare du Nord : Trains au départ de la Gare du Nord (Grandes lignes), pour la Gare de Creil.
- Prendre un taxi (Station face à la Gare, temps de trajet jusqu'à l'INERIS environ 10 minutes).

**Par la route :**

- Plan d'accès téléchargeable [www.ineris.fr/centredoc/plan-ineris.pdf](http://www.ineris.fr/centredoc/plan-ineris.pdf)



# JOURNÉE TECHNIQUE

22 juin 2012 / 13 septembre 2012

INERIS – Parc ALATA – Verneuil-en-Halatte (60550)



Analyse des composés perfluorés et/ou  
Analyse des chloroalcanes à chaîne C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub>

Journée technique à destination des laboratoires  
d'analyse des milieux aquatiques



# PROGRAMME MATINEE



09:30

Accueil des participants

Les composés alkyles perfluorés (PFCs : PerFluorinated organic Compounds) sont des substances chimiques d'origine exclusivement anthropique constituées d'une chaîne carbonée (en C4 à C10) perfluorée hydrophobe, et d'un groupement fonctionnel hydrophile.

Les PFCs ont des propriétés tension-actives et trouvent ainsi des applications très diverses : substances hydrofuges, oléofuges, anti-salissures et imperméables aux graisses dans l'industrie textile au sens large, les accessoires ménagers et les emballages. Ils participent également à la formulation d'agents tensio-actifs, de détergents, d'émulsifiants, de mouillants, de dispersants et de mousses extinctrices.

Ils sont principalement émis dans les eaux de surface via les effluents des stations d'épuration des eaux industrielles (85 % des émissions), mais aussi urbaines en raison de la dégradation des biens de consommation qui en renferment.

Les propriétés physico-chimiques particulières des PFCs tiennent à leur résistance à toute forme de dégradation. Ils sont ainsi particulièrement persistants et bioaccumulés par les organismes aquatiques.

Des méthodes de caractérisation fiables doivent être mises en œuvre afin de permettre la mesure des PFCs dans les milieux environnementaux. Cependant, ce type d'analyse peut être délicat car des contaminations peuvent intervenir de par leur omniprésence dans le matériel analytique employé.

La norme ISO 25101 :2009 relative à la mesure du PFOA et du PFOS dans l'eau potable, l'eau souterraine et les eaux de surface dans des échantillons non filtrés a été considérée comme ne présentant pas suffisamment de robustesse. C'est pourquoi, dans le cadre d'Aquaref, des méthodes ont été développées en 2008 pour l'analyse des perfluorés PFOA et PFOS dans les eaux, sédiments et biotes.

L'INERIS propose ainsi, sous l'égide d'AQUAREF, une journée d'information visant à disséminer les résultats de cette démarche analytique.

Cette matinée s'adresse à tout personnel de laboratoire intéressé par les analyses de composés perfluorés.

**10:00** Mot d'accueil : N. Alsac, INERIS

**10:10** Analyse des perfluorés dans les milieux aquatiques continentaux  
F. Lestremau, INERIS

- Contexte de l'analyse des composés perfluorés, substances réglementées et non réglementées
- Sources potentielles de contamination et des moyens d'y remédier
- Questions/Réponses

**11:15** Présentation pratique dans le laboratoire F. Lestremau, C. Chatellier  
INERIS

- Visite du laboratoire d'analyse organique
- Illustration en situation des principaux points évoqués dans la présentation et échange avec les personnels en charge de l'analyse dans le laboratoire

12:30

Déjeuner



Les chloroalcanes, ou paraffines chlorées, sont des mélanges de n-alcanes polychlorés, produits par la réaction du chlore avec certaines fractions de paraffines issues de la distillation du pétrole. La longueur de la chaîne carbonée des produits commerciaux est généralement comprise entre C10 et C30. Ils sont présentés par une formule générique  $C_xH_{(2x-2)}Cl_y$ . Leur teneur en chlore est généralement comprise entre 40 et 70 % en masse.

On distingue plus particulièrement les chloroalcanes à chaîne courte (C10-C13), qui sont réglementés et plus couramment appelés paraffines chlorées à chaîne courte (Short Chain Chlorinated Paraffin: SCCP).

Au travers de la possibilité de varier la longueur de la chaîne carbonée et le pourcentage de chlore, les SCCP offrent une gamme de propriétés très différentes et sont ainsi employés dans de nombreuses applications industrielles. Ils sont le plus couramment utilisés comme fluides d'usinage de métaux (fluides de refroidissement et lubrification), retardateurs de flamme, imperméabilisants de textiles ou additifs des peintures, mastics et adhésifs et constituent, de ce fait, une classe de micropolluants largement répandus dans l'environnement.

Les SCCP sont considérés comme particulièrement nocifs : ils sont classés comme très toxiques pour les organismes aquatiques et cancérigènes. La directive 98/98/CE les classe dans les substances dangereuses pour l'environnement, nocives et cancérigènes catégorie 3. Ils font partie de la liste des substances dangereuses prioritaires selon la directive cadre eau et leurs rejets doivent être à terme supprimés.

La norme ISO 12010 :2010 concernant la mesure des SCCP dans les eaux est applicable aux eaux de surface, souterraine, potable ainsi qu'aux eaux de rejet. Elle recommande un étalonnage avec un modèle combinant 2 ions différents et une régression linéaire multiple, modèle capable de refléter le comportement d'échantillons comportant des taux de chlore différents. Ce modèle est néanmoins peu habituel, plus difficilement représenté graphiquement et demande un temps d'adaptation.

Cette après-midi, au cours de laquelle chaque participant disposera d'un ordinateur de type PC, s'adresse à tout personnel de laboratoire intéressé par les analyses des chloroalcanes, afin de l'accompagner dans cette adaptation.

**14:00** Mot d'accueil : N. Alsac, INERIS

**14:10** Analyse des SCCP dans les milieux aquatiques : F. Lestremau, C. Chatellier  
INERIS

- Contexte/ analyse des SCCP suivant les méthodes normalisées
- Présentation de l'étalonnage multivarié
- Applications à l'analyse des SCCP
- Mise à disposition des applications de traitement informatique
- Mise en œuvre au travers de la manipulation des jeux de données issus du laboratoire d'analyse organique de l'INERIS
- Echange avec les personnels en charge de l'analyse dans le laboratoire

**17:00** Fin (possibilité de retour vers la gare de Creil par navette INERIS)

AQUAREF, laboratoire national de référence pour la surveillance des milieux aquatiques, est né de la nécessité de renforcer l'expertise française dans le domaine de la surveillance des milieux aquatiques à partir de la mise en réseau des compétences et des capacités de recherche des cinq établissements publics directement concernés :

BRGM, Ifremer, INERIS, Irstea et LNE

Organisé autour de 2 des axes forts de la directive cadre sur l'eau (DCE), la chimie et l'hydrobiologie, le laboratoire de référence a pour objectif d'appuyer les pouvoirs publics autour de 2 domaines au cœur de la surveillance des milieux aquatiques :

La qualité de la donnée

Le devenir de la surveillance des milieux aquatiques

Plus d'informations sur [www.aquaref.fr](http://www.aquaref.fr)

L'inscription à cette journée, comprenant le déjeuner, est gratuite. Pour assurer la qualité des échanges lors de la visite des laboratoires, le nombre de participants est limité à 14 par session. En raison de la modularité de la journée, merci de compléter le formulaire d'inscription en ligne pour permettre une meilleure prise en compte de vos souhaits. L'INERIS se réserve la possibilité de reporter la journée en cas de participation insuffisante.

Inscriptions : [marie.veillot@ineris.fr](mailto:marie.veillot@ineris.fr)

Contact : [marie-pierre.strub@ineris.fr](mailto:marie-pierre.strub@ineris.fr)

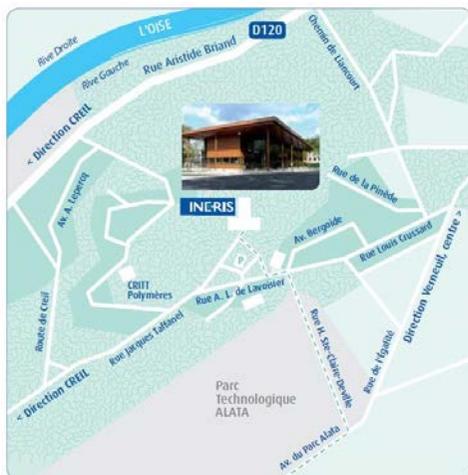
### ⇒ Accès à l'INERIS, Verneuil

Par les transports en commun :

- Par le train depuis PARIS Gare du Nord : Trains au départ de la Gare du Nord (Grandes lignes), pour la Gare de Creil.
- Prendre un taxi (Station face à la Gare, temps de trajet jusqu'à l'INERIS environ 10 minutes).

Par la route :

- Plan d'accès téléchargeable [www.ineris.fr/centredoc/plan-ineris.pdf](http://www.ineris.fr/centredoc/plan-ineris.pdf)



# JOURNÉE TECHNIQUE

Session complémentaire du 15 novembre 2012

INERIS – Parc ALATA – Verneuil-en-Halatte (60550)



Analyse des composés perfluorés et/ou  
Analyse des chloroalcanes à chaîne C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub>

Journée technique à destination des laboratoires  
d'analyse des milieux aquatiques



# PROGRAMME MATINEE



09:30

Accueil des participants

Les composés alkyles perfluorés (PFCs : PerFluorinated organic Compounds) sont des substances chimiques d'origine exclusivement anthropique constituées d'une chaîne carbonée (en C4 à C10) perfluorée hydrophobe, et d'un groupement fonctionnel hydrophile.

Les PFCs ont des propriétés tension-actives et trouvent ainsi des applications très diverses : substances hydrofuges, oléofuges, anti-salissures et imperméables aux graisses dans l'industrie textile au sens large, les accessoires ménagers et les emballages. Ils participent également à la formulation d'agents tensio-actifs, de détergents, d'émulsifiants, de mouillants, de dispersants et de mousses extinctrices.

Ils sont principalement émis dans les eaux de surface via les effluents des stations d'épuration des eaux industrielles (85 % des émissions), mais aussi urbaines en raison de la dégradation des biens de consommation qui en renferment.

Les propriétés physico-chimiques particulières des PFCs tiennent à leur résistance à toute forme de dégradation. Ils sont ainsi particulièrement persistants et bioaccumulés par les organismes aquatiques.

Des méthodes de caractérisation fiables doivent être mises en œuvre afin de permettre la mesure des PFCs dans les milieux environnementaux. Cependant, ce type d'analyse peut être délicat car des contaminations peuvent intervenir de par leur omniprésence dans le matériel analytique employé.

La norme ISO 25101 :2009 relative à la mesure du PFOA et du PFOS dans l'eau potable, l'eau souterraine et les eaux de surface dans des échantillons non filtrés a été considérée comme ne présentant pas suffisamment de robustesse. C'est pourquoi, dans le cadre d'Aquaref, des méthodes ont été développées en 2008 pour l'analyse des perfluorés PFOA et PFOS dans les eaux, sédiments et biotes.

L'INERIS propose ainsi, sous l'égide d'AQUAREF, une journée d'information visant à disséminer les résultats de cette démarche analytique.

Cette matinée s'adresse à tout personnel de laboratoire intéressé par les analyses de composés perfluorés.

**10:00** Mot d'accueil : N. Alsac, INERIS

**10:10** Analyse des perfluorés dans les milieux aquatiques continentaux  
F. Lestremau, INERIS

- Contexte de l'analyse des composés perfluorés, substances réglementées et non réglementées
- Sources potentielles de contamination et des moyens d'y remédier
- Questions/Réponses

**11:15** Présentation pratique dans le laboratoire F. Lestremau, C. Chatellier  
INERIS

- Visite du laboratoire d'analyse organique
- Illustration en situation des principaux points évoqués dans la présentation et échange avec les personnels en charge de l'analyse dans le laboratoire

12:30

Déjeuner



# PROGRAMME APRES-MIDI

Les chloroalcanes, ou paraffines chlorées, sont des mélanges de n-alcane polychlorés, produits par la réaction du chlore avec certaines fractions de paraffines issues de la distillation du pétrole. La longueur de la chaîne carbonée des produits commerciaux est généralement comprise entre C10 et C30. Ils sont présentés par une formule générique  $C_nH_{(2n-2)}Cl_y$ . Leur teneur en chlore est généralement comprise entre 40 et 70 % en masse.

On distingue plus particulièrement les chloroalcanes à chaîne courte (C10-C13), qui sont réglementés et plus couramment appelés paraffines chlorées à chaîne courte (Short Chain Chlorinated Paraffin: SCCP).

Au travers de la possibilité de varier la longueur de la chaîne carbonée et le pourcentage de chlore, les SCCP offrent une gamme de propriétés très différentes et sont ainsi employés dans de nombreuses applications industrielles. Ils sont le plus couramment utilisés comme fluides d'usinage de métaux (fluides de refroidissement et lubrification), retardateurs de flamme, imperméabilisants de textiles ou additifs des peintures, mastics et adhésifs et constituent, de ce fait, une classe de micropolluants largement répandus dans l'environnement.

Les SCCP sont considérés comme particulièrement nocifs : ils sont classés comme très toxiques pour les organismes aquatiques et cancérigènes. La directive 98/98/CE les classe dans les substances dangereuses pour l'environnement, nocives et cancérigènes catégorie 3. Ils font partie de la liste des substances dangereuses prioritaires selon la directive cadre eau et leurs rejets doivent être à terme supprimés.

La norme ISO 12010 :2010 concernant la mesure des SCCP dans les eaux est applicable aux eaux de surface, souterraine, potable ainsi qu'aux eaux de rejet. Elle recommande un étalonnage avec un modèle combinant 2 ions différents et une régression linéaire multiple, modèle capable de refléter le comportement d'échantillons comportant des taux de chlore différents. Ce modèle est néanmoins peu habituel, plus difficilement représenté graphiquement et demande un temps d'adaptation.

Cette après-midi, au cours de laquelle chaque participant disposera d'un ordinateur de type PC, s'adresse à tout personnel de laboratoire intéressé par les analyses des chloroalcanes, afin de l'accompagner dans cette adaptation.

**14:00** Mot d'accueil : N. Alsac, INERIS

**14:10** Analyse des SCCP dans les milieux aquatiques : F. Lestremau, C. Chatellier  
INERIS

- Contexte/ analyse des SCCP suivant les méthodes normalisées
- Présentation de l'étalonnage multivarié
- Applications à l'analyse des SCCP
- Mise à disposition des applications de traitement informatique
- Mise en œuvre au travers de la manipulation des jeux de données issus du laboratoire d'analyse organique de l'INERIS
- Echange avec les personnels en charge de l'analyse dans le laboratoire

**17:00** Fin (possibilité de retour vers la gare de Creil par navette INERIS)

## **ANNEXE 2**

---

Bulletin d'inscription



# JOURNEE TECHNIQUE



À l'INERIS - Parc technologique ALATA - BP 2 - 60550 Verneuil-en-Halatte

En partenariat avec l'ONEMA

Analyse des PFCs et/ou  
Analyse des SCCP

Date : 22 juin 2012

13 septembre 2012

## Participant

(Remplir un bulletin  
par participant - Merci)

M./Mme/Mlle ..... Prénom.....  
Fonction ..... Téléphone.....  
Service ..... Télécopie.....  
E-mail .....

## Organisme

Raison sociale.....  
Adresse.....  
Ville ..... Code postal.....

## Inscription (gratuite)

Participera à  
 Session « PFCs » (matinée)  Déjeuner (offert)  
 Session « SCCP » (après-midi)

*Pour des raisons d'organisation, l'inscription est obligatoire.*

## Expérience acquise

Pratique l'analyse des PFCs en routine  ne pratique pas   
(depuis \_\_\_\_\_ ans)  
Pratique l'analyse des SCCP en routine  ne pratique pas   
(depuis \_\_\_\_\_ ans)

**PLACES LIMITEES**

Bulletin d'inscription à retourner avant le 08 juin 2012

À l'attention de :

Marie VEILLOT

Tél. : 03 44 55 66 38

Fax : 03 44 55 68 72

E-mail : [marie.veillot@ineris.fr](mailto:marie.veillot@ineris.fr)

## JOURNEE TECHNIQUE



À l'INERIS - Parc technologique ALATA - BP 2 - 60550 Verneuil-en-Halatte

En partenariat avec l'ONEMA

Analyse des PFCs et/ou  
Analyse des SCCP

Date : 15 novembre 2012

### Participant

(Remplir un bulletin  
par participant - Merci)

M./Mme/Mlle ..... Prénom.....  
Fonction ..... Téléphone.....  
Service ..... Télécopie.....  
E-mail .....

### Organisme

Raison sociale.....  
Adresse.....  
Ville ..... Code postal.....

### Inscription (gratuite)

Participera à  
 Session « PFCs » (matinée)  Déjeuner (offert)  
 Session « SCCP » (après-midi)

*Pour des raisons d'organisation, l'inscription est obligatoire.*

### Expérience acquise

Pratique l'analyse des PFCs en routine  ne pratique pas   
(depuis \_\_\_\_\_ ans)  
Pratique l'analyse des SCCP en routine  ne pratique pas   
(depuis \_\_\_\_\_ ans)

**PLACES LIMITEES**

Bulletin d'inscription à retourner avant le 08 juin 2012

À l'attention de :

Marie VEILLOT

Tél. : 03 44 55 66 38

Fax : 03 44 55 68 72

E-mail : [marie.veillot@ineris.fr](mailto:marie.veillot@ineris.fr)

## **ANNEXE 3**

---

Formulaire d'enquête de satisfaction



## Journée technique à destination des laboratoires d'analyse des milieux aquatiques : perfluorés, SCCP

Jeudi 13 septembre 2012

### QUESTIONNAIRE

NOM : .....  
Prénom : .....  
Etablissement : .....  
Mail : .....  
Téléphone : .....

Vous avez pris part à :  ½ journée perfluorés  ½ journée SCCP

Comment avez-vous été informé de la tenue de cette journée ?

- Site internet AQUAREF
- Plaquette
- Autre (s) : .....

Cette rencontre vous a-t-elle été utile ?

- OUI  NON

Souhaitez-vous qu'AQUAREF partage régulièrement les avancées de ses travaux sous cette forme?

- OUI  NON

À quelle fréquence :  1 par an  2 par an  1 tous les 2 ans

Listes des sujets techniques que vous souhaiteriez aborder : (classer par ordre de priorité)

.....  
.....  
.....  
.....

Seriez-vous prêt à y participer en tant qu'orateur ?  OUI  NON

Souhaiteriez-vous participer à des travaux techniques en groupes restreints ?

- OUI  NON

Listes des sujets techniques auxquels vous souhaiteriez collaborer (classer par ordre de priorité)

.....  
.....  
.....  
.....

Merci !

## Journée technique à destination des laboratoires d'analyse des milieux aquatiques : perfluorés, SCCP

Jeudi 15 novembre 2012

<b>QUESTIONNAIRE</b>
----------------------

NOM : .....

Prénom : .....

Etablissement : .....

Mail : .....

Téléphone : .....

Vous avez pris part à :  ½ journée **perfluorés**       ½ journée **SCCP**     

Comment avez-vous été informé de la tenue de cette journée ?

- Site internet AQUAREF
- Plaquette
- Autre (s) : .....

Cette rencontre vous a-t-elle été utile ?

- OUI       NON

Souhaitez-vous qu'AQUAREF partage régulièrement les avancées de ses travaux sous cette forme?

- OUI       NON

À quelle fréquence :  1 par an       2 par an       1 tous les 2 ans

Listes des sujets techniques que vous souhaiteriez aborder : (classer par ordre de priorité)

.....

.....

.....

.....

Seriez-vous prêt à y participer en tant qu'orateur ?       OUI       NON

Souhaiteriez-vous participer à des travaux techniques en groupes restreints ?

- OUI       NON

Listes des sujets techniques auxquels vous souhaiteriez collaborer (classer par ordre de priorité)

.....

.....

.....

.....

Merci !