

Paramètres concernés : numéro CAS, code SANDRE

Nonylphénols, octylphénols et éthoxylats

Molécule	N° CAS	Définition	Code SANDRE	
Nonylphénols NP	25154-52-3	Nonylphénols (mélange d'isomères de chaîne linéaire toutes positions)	1957 (inclut également 5474) code gelé depuis le 05/07/16	6598
	104-40-5	4-n-Nonylphénol (isomère linéaire (n) en position para)	5474	
	84852-15-3	4-Nonylphénols (mélange d'isomères de chaîne ramifiée en position para)	1958	
Octylphénols OP	1806-26-4	4-n-octylphénol (isomère linéaire (n) en position para)	1920	6600
	140-66-9	4-tert-octylphénol (isomère ramifié (tert) en position para)	1959	
Nonylphénols monoéthoxylés NP1EO	27986-36-3	4-nonylphénol monoéthoxylé (mélange d'isomères de chaîne alkyl en position para)	6366	6366
	104-35-8	4-n-nonylphénol monoéthoxylé (isomère linéaire (n) en position para)	5345	
Nonylphénols diéthoxylés NP2EO	20427-84-3	4-n-nonylphénol diéthoxylé (isomère linéaire (n) en position para)	5346	6369
	27176-93-8	4-nonylphénol diéthoxylé (mélange d'isomères de chaîne alkyl en position para)	6369	
	156609-10-8	4-t-nonylphénol diéthoxylé (isomère en position para à chaîne ramifiée)	2875	
Octylphénol monoéthoxylé OP1EO	2315-67-5	4-tert-octylphénol monoéthoxylé (isomère ramifié (tert) en position para)	6370	

Pour aller plus loin : retrouvez la publication " N° CAS du nonylphénol et de l'octylphénol " sur le site www.aquaref.fr

D'autres alkylphénols regroupés au sein du groupe de paramètres [53] ¹ du SANDRE peuvent être présents dans les milieux aquatiques. Toutefois ils ne sont pas évoqués, leur occurrence étant plus faible et leur analyse ne présentant pas le niveau de difficulté rencontré pour les nonylphénols.

¹ <http://www.sandre.eaufrance.fr>

Contextes de mesure :

état chimique et substances pertinentes (2° cycle DCE - 2016-2021), eaux résiduaires

Eaux de surface								
	Molécules	Code SANDRE	NQE MA (µg/L) ²		NQE CMA (µg/L) ²		LQ (µg/L) ³	
			Eaux douces	Eaux marines	Eaux douces	Eaux marines	Eaux douces	Eaux marines
Support eau [3]	NP	1958	0,3	0,3	2	2	0,1	0,1
	4-t-OP	1959	0,1	0,01	Non applicable		0,03	0,003
	NP1EO	6366	Substance pertinente DOM ⁷				0,1	/
	Molécules	Code SANDRE	Surveillance			LQ (µg/kg) ³ (date d'application)		
						Dès publication avis	Milieu du cycle de surveillance (2019)	
Support sédiments [6]	NP1EO	6366	Substance pertinente DOM ⁷			50	15	
	NP2EO	6369	Substance pertinente ⁷			50	15	

Eaux souterraines				
	Molécules	Code SANDRE	Surveillance	LQ (µg/L) ³
Support eau [3]	NP	1958	Analyse régulière	0,1
	4-t-OP	1959	Analyse photographique métropole	0,03

Eaux résiduaires (RSDE-ICPE, RSDE-STEU ⁵ , paramètres SDE ⁶)								
	Molécules	Code SANDRE	LQ (µg/L) ³		Molécules	Code SANDRE	LQ (µg/L) ³	
Support eau [3]	NP	1958	0,5		4-t-OP	1959	0,1	(0,2 ⁴)
	NP mélange	6598	0,5		OP mélange	6600	0,5	
	NP1EO	6366	0,1	(0,2 ⁴)	OP1EO	6370	0,1	(0,2 ⁴)
	NP2EO	6369	0,1	(0,2 ⁴)	OP2EO	6371	0,1	(0,2 ⁴)

Dans l'optique d'une harmonisation des pratiques et des données produites pour la surveillance des alkylphénols dans les eaux résiduaires, et comme mis en œuvre pour les milieux eaux de surface et eaux souterraines. AQUAREF recommande le suivi et rendu exclusif :

- pour le NP, de la forme correspondant au code SANDRE 1958 (et l'abandon du suivi du code 6598 (NP mélange))
- pour le 4-t-OP, de la forme correspondant au code SANDRE 1959 (et l'abandon du suivi du code 6600 (OP mélange))

² Les NQE proviennent de l'arrêté du 27 juillet 2015 "évaluation"

³ Les LQ sont issues de l'avis relatif aux limites de quantification des couples "paramètre-matrice" de l'agrément des laboratoires effectuant des analyses dans le domaine de l'eau et des milieux aquatiques, publié au Journal Officiel du 8 novembre 2015, à l'exception de ⁴ LQ RSDE-STEU pour les eaux en entrée avec séparation des fractions

⁵ Note technique du 12 août 2016 relative à la recherche de micropolluants dans les eaux brutes et dans les eaux traitées de stations de traitement des eaux usées et à leur réduction

⁶ Décret n° 2014-1578 du 23 décembre 2014 relatif à la prise en compte des substances dangereuses pour l'environnement dans le calcul de l'assiette de la redevance pour pollution de l'eau d'origine non domestique

⁷ Substances pertinentes définies dans l'arrêté du 7 août 2015 "surveillance"

Maîtrise de la qualité des données

Les enjeux de la maîtrise de la qualité des données sont principalement :

- Le choix des étalons : identité des molécules et pureté ;
- La maîtrise de l'analyse instrumentale et des blancs ;
- La sélection de la technique d'extraction sur eau brute ;
- Le délai avant analyse, pour lequel AQUAREF recommande de ne pas dépasser 48 heures.

Maîtrise de l'analyse instrumentale : méthodes normalisées disponibles

- NF EN ISO 18857-1 Qualité de l'eau – Dosage d'alkylphénols sélectionnés - Partie 1 : Méthode pour échantillons non filtrés par extraction en phase liquide-liquide et chromatographie en phase gazeuse avec détection sélective de masse
- NF EN ISO 18857-2 Qualité de l'eau – Dosage d'alkylphénols sélectionnés - Partie 2 : Dosage par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse d'alkylphénols, de leurs éthoxylates et de bisphénol A dans des échantillons non filtrés après extraction en phase solide (cartouches) et dérivation
- ISO 24293 Qualité de l'eau – Détermination des isomères individuels de nonylphénols - Méthode par extraction en phase solide (SPE cartouches) et chromatographie en phase gazeuse / spectrométrie de masse
- XP CEN/TS 16182 Boues, biodéchets traités et sols - Détermination des nonylphénols et nonylphénol-mono- et di-éthoxylates par chromatographie en phase gazeuse avec détection sélective de masse (GC-MS)

→ La technique instrumentale la plus largement utilisée est la GC/MS. Elle permet d'identifier et de quantifier l'ensemble des molécules à surveiller (cf chromatogramme page suivante).

→ En raison du caractère ubiquiste de ces molécules, un blanc de méthode doit être réalisé pour chaque série analytique, dans le cadre des procédures d'assurance qualité du laboratoire.

Enjeux de l'extraction : sélection d'une technique sur eau brute

Les propriétés physico-chimiques des alkylphénols les conduisent à se répartir de manière équilibrée entre les différentes fractions. Les méthodes d'extraction doivent donc permettre de prendre en compte l'eau brute [fraction SANDRE 23]. Il peut parfois être nécessaire de mener deux analyses en parallèle, sur la phase aqueuse de l'eau [fraction SANDRE 3] et sur la phase particulaire de l'eau [fraction SANDRE 156]. Au-dessus d'une teneur en MES de 30 mg/L *, AQUAREF recommande l'extraction séparée des phases et l'emploi des techniques d'extraction suivantes :

Techniques d'extraction		
Teneur en MES ≤ 30 mg/L * [fraction SANDRE 23]	Teneur en MES > 30 mg/L *	
	Phase aqueuse [fraction SANDRE 3]	Phase particulaire [fraction SANDRE 156]
LLE ou SPE sur disque ou SPE sur cartouche	LLE ou SPE sur disque ou SPE sur cartouche ou injection directe **	soxhlet ou PLE ou sonication **

* Ce seuil est une valeur guide qui pourra être adoptée par le laboratoire s'il ne dispose pas d'autres données.

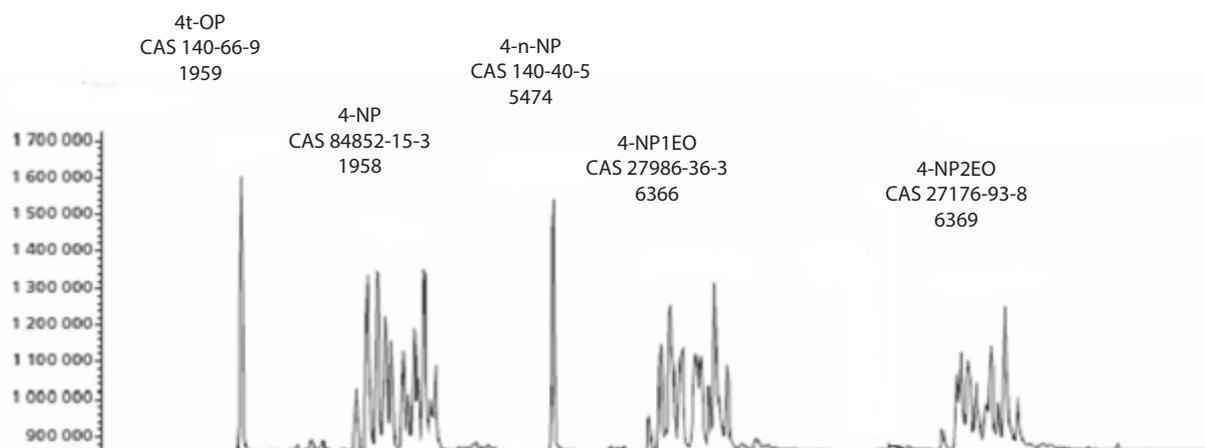
** D'autres méthodes (SPME, SBSE, ... pour la phase aqueuse ; agitation, micro-ondes, ... pour la phase particulaire) peuvent être utilisées mais il appartient au laboratoire d'en démontrer l'applicabilité.

Nb 1 : Dans la réglementation sur les rejets ⁵, le seuil de MES de 250 mg/L, établi sur une base consensuelle, a été fixé pour une extraction séparée des phases, quelle que soit la technique sélectionnée.

Nb 2 : Pour la définition des acronymes des techniques d'extraction, se référer à la fiche méthode Aquaref réf. MA-00

Séparation et identification des molécules

Exemple de chromatogramme en GC/MS d'un mélange de nonylphénols, nonylphénols éthoxylés et de 4-t-OP



Enjeux de la sélection des étalons : identité et pureté d'étalons de nonylphénols

Appellation commerciale	Nonylphenol (Technical)	Nonylphenol-4	Nonylphenol technical grade, mixture of ring and chainisomers	Nonylphenol PESTANAL® analytical standard	Nonylphenol mixture of ring and chainisomers Tech. Grade	4-Nonylphenol (mixture of branched chainisomers)	Nonylphenol
Fournisseurs	Fournisseur 1	Fournisseur 2	Fournisseur 3	Fournisseur 4	Fournisseur 5	Fournisseur 6	Fournisseur 7
N° CAS	[25154-52-3]	[84852-15-3]	[84852-15-3]	[84852-15-3]	[84852-15-3]	[84852-15-3]	[84852-15-3]
Pureté (certificat)	Pas de données	99,0 %	Pas de données	95,4 %	Pas de données	Pas de données	«Tech. Mix»
Cohérence CAS/profil GC	Non	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui

Données issues d'une étude réalisée en 2014

- Lors de la sélection des étalons : exiger du fournisseur une caractérisation précise du mélange vendu, par une ou des méthodes adaptées, et vérifier *a minima* l'identité du composé étalon.
- Lors de la mise en œuvre des étalons : exprimer les concentrations en corrigeant de la pureté.
Nota : problème moins sensible sur les octylphénols, car ce ne sont pas des mélanges d'isomères.

Pour aller plus loin : retrouvez la publication "Considérations sur certains aspects métrologiques liés à la mesure du 4-NONYLPHENOL " sur le site www.aquaref.fr