

SUBSTANCES DE LA DIRECTIVE CADRE EAU



Composé				Formule développée ou élément chimique			
Di(2-ethylhexyl)phthalate (DEHP)							
Code Sandre		Numéro CAS		Log Kow		Solubilité dans eau [µg/L]	
1461		117-81-7		7,5		3	
Support de surveillance, fraction à analyser et codes Sandre associés							
Support	Code Support	Fraction	Code Fraction	Support	Code Support	Fraction	Code Fraction
Eau	3	Eau brute	23	Sédiment	6	Particules < 2 mm	32
NQE [µg/L]		CMA-NQE [µg/L]		NQ [µg/kg]			
Eaux souterraines	Eaux de surface intérieures	Autres eaux de surface	Eaux de surface intérieures	Sédiment			
non applicable	1,3	1,3	non applicable	4720 * <i>(valeur indicative dans sédiment calculée à partir de la valeur seuil dans l'eau en fonction du coefficient de partage avec le carbone organique du sol)</i>			
Paramètres à déterminer au préalable							
Néant				Taux de Matière Sèche			
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 (<i>entonnoirs, louches etc...</i>) pour le remplissage des flacons</p> <p>Système de prélèvement en inox ou en verre</p> <p>Bannir système de prélèvement en matériaux plastiques (<i>type polychlorure de vinyle PVC et polyéthylène téréphtalate PET</i>) reconnu comme pouvant relarguer des phtalates</p> <p>Si des parties en matériaux plastiques sont inévitables dans le système de prélèvement, rincer le système avec au moins 5 fois le volume de l'échantillon *</p> <p>Dans tous les cas, s'assurer de l'absence de relargage du système de prélèvement (<i>blanc du système de prélèvement</i>)</p>		<p>Flacons en verre brun prétraités (calcination, rinçage solvant)</p> <p>Bouchons contenant capsule en PTFE ou feuille de papier aluminium</p> <p>Bannir bouchons et flacons pigmentés colorés en l'absence de preuves de non-relargage de composés</p> <p>Dans tous les cas, vérifier l'absence de polluants dans le flacon mis en œuvre (<i>blanc de flaconnage</i>)</p>	<p>Aucun ajout d'agent stabilisant</p> <p>Transporter dans une enceinte réfrigérée à 5 ± 3°C sous un délai de 24 h.</p>	<p>Choisir son matériel en fonction de l'objectif du prélèvement, de la nature du terrain et de la quantité à prélever (<i>par exemple sonde, benne, carrotier, ...</i>)</p> <p>Eviter toute contamination de l'échantillon par une substance étrangère (<i>préserver la propreté de l'équipement d'échantillonnage, le nettoyer entre chaque prélèvement</i>)</p> <p>S'assurer que le matériel utilisé ne modifie pas la composition de l'échantillon (<i>Bannir les matériaux en plastique (type PVC + PET) = relargage de phtalates</i>)</p> <p>Utiliser de préférence des contenueurs en acier inoxydable</p> <p>Le matériel intermédiaire destiné à transférer l'échantillon de la benne au flacon sera en inox, en verre ou éventuellement en matériaux inertes</p>		<p>Boîtes en aluminium (<i>à bouchon vissant</i>) et boîtes avec couvercle emboîtable</p> <p>Contenueurs en polymères fluorés (<i>PTFE, FEP, PFA</i>)</p> <p>Flacons en verre brun lavés au solvant avec bouchons contenant capsule en PTFE ou feuille de papier aluminium</p> <p>Dans tous les cas, vérifier l'absence de polluants dans le flacon mis en œuvre (<i>blanc de flaconnage</i>)</p>	<p>Afin d'éviter les modifications dues à l'activité bactérienne ou à la volatilisation, limiter au maximum l'air dans les échantillons par un remplissage complet du conteneur</p> <p>Transporter en enceinte réfrigérée à 5 ± 3°C sous un délai de 24 h.</p>
Au laboratoire - Matrice eau				Au laboratoire - Matrice sédiment			
Prétraitement		Stockage- Conservation		Prétraitement		Stockage- Conservation	
<p>Remise à température ambiante en vue de l'analyse</p> <p>Conditionnement soigneux de la verrerie utilisée pour l'analyse des phtalates (<i>calcination, nettoyage etc...</i>) afin d'éviter des valeurs de blancs élevées (<i>la valeur maximale de blanc autorisé est de 80 ng/l</i>) *</p>		<p>Stockage à 5 ± 3°C à l'abri de la lumière</p> <p>Analyse à réaliser dans les 4 jours maximum après prélèvement</p>		<p>selon NF ISO 14507 ou selon Projet Horizontal CSS99042 ** (§ 9.2 Prétraitement des phtalates)</p> <p>Séchage par lyophilisation et broyage à l'aide d'un broyeur en agate</p> <p>Ou séchage chimique avec du sulfate de sodium (<i>quand teneur en eau faible (<20%)</i>) suivi d'un concassage cryogénique à 1 mm à l'aide d'un broyeur à fléaux</p> <p>Des échantillons composites peuvent être préparés en mélangeant les échantillons broyés.</p> <p>Mesurer le taux de matière sèche sur une aliquot séparée au moment de l'analyse pour exprimer les résultats en µg/kg MS</p>		<p>Avant prétraitement :</p> <p>Stockage à 5 ± 3°C pour ralentir toute modification ou détérioration du sédiment</p> <p>Traitement le plus tôt possible</p> <p>Congélation si traitement non réalisable dans les 4 jours</p>	
Avis AQUAREF sur NQ - Matrice eau				Avis AQUAREF sur NQ - Matrice sédiment			
NQ/3 atteinte		Commentaires LQ		NQ/3 atteinte		Commentaires LQ	
O et N		<p>1/ Atteignable par GC-MS par extraction liquide / liquide (<i>NF EN ISO 18856- LLE</i>)</p> <p>2/ Difficilement atteignable par GC-MS par extraction liquide / solide (<i>NF EN ISO 18856- SPE</i>)</p> <p>3/ Non atteignable par GC-ECD (<i>EPA 8061A</i>)</p>		O		Les données de la LQ sont issues des normes et des essais réalisés à l'INERIS	
Commentaires - Matrice eau				Commentaires - Matrice sédiment			
<p>Etant donné l'utilisation des phtalates en tant qu'agents plastifiants, les phtalates sont omniprésents. Il faut donc veiller à éviter toute contamination. Vérifier l'absence de contamination liée à l'utilisation de gants en plastique, à l'air du laboratoire, aux raccords de seringues, septa de l'injecteur ou des septa des flacons d'échantillonnage etc....</p> <p>*** technique de détection GC/ECD non spécifique pour les phtalates (risques d'interférences avec les composés chlorés par exemple PCB, pesticides organochlorés)</p> <p>Vérifier impérativement l'absence d'interférences par exemple par injection sur deux colonnes de polarité différente</p>				<p>Etant donné l'utilisation des phtalates en tant qu'agents plastifiants, les phtalates sont omniprésents. Il faut donc veiller à éviter toute contamination. Vérifier l'absence de contamination liée à l'utilisation de gants en plastique, à l'air du laboratoire, aux raccords de seringues, septa de l'injecteur ou des septa des flacons d'échantillonnage etc....</p> <p>*** technique de détection GC/ECD non spécifique pour les phtalates (risques d'interférences avec les composés chlorés par exemple PCB, pesticides organochlorés)</p> <p>Vérifier impérativement l'absence d'interférences par exemple par injection sur deux colonnes de polarité différente</p>			
Performances des techniques sur la matrice eau				Performances des techniques sur la matrice sédiment			
<p>Note : La source des données dans les graphes sont issues des limites de quantification (LQ) usuelles présentées en verso - matrice sédiment</p>				<p>Note : La source des données dans les graphes sont issues des limites de quantification (LQ) usuelles présentées en verso - matrice sédiment</p>			

SUBSTANCES DE LA DIRECTIVE CADRE EAU



Au laboratoire - Matrice eau				Au laboratoire - Matrice sédiment			
Analyse : Exemples Extraction/Digestion				Analyse : Exemples Extraction / Digestion			
Minéralisation/Extraction - Norme		Minéralisation/Extraction - Intitulé		Minéralisation/Extraction - Norme		Minéralisation/Extraction - Intitulé	
NF EN ISO 18856 (Qualité de l'eau)		Dosage de certains phtalates par chromatographie phase gazeuse/spectrométrie de masse après extraction sur phase solide (SPE)		Projet Horizontal CSS99042 **		Détermination des phtalates dans les déchets solides, boues, sédiments, sols . Extraction liquide / solide et quantification des phtalates par chromatographie phase gazeuse / spectrométrie de masse	
NF EN ISO 6468 §7.2 "Extraction et séparation" (Qualité de l'eau)		Utilisation de la procédure d'extraction de la norme NF EN ISO 6468 Dosage de certains insecticides organochlororés, des polychlorobiphényles et des chlorobenzènes - Extraction liquide-liquide		EPA 3540 & EPA 3541		Extraction Soxhlet & Extraction Soxhlet automatisé	
EPA 3510 & EPA 3520		Extraction liquide/ liquide & extraction liquide / liquide en continu		EPA 3545		Extraction sous pression, à haute température (ASE)	
Analyse - Exemples Méthodes analytiques				Analyse - Exemples Méthodes analytiques			
Analyse - Norme	Analyse - Intitulé	LQ usuelles [µg/L]	Atteinte NQ/3 [O/N]	Analyse - Norme	Analyse - Intitulé	LQ usuelles [µg/kg] matière sèche	Atteinte NQ/3 [O/N]
NF EN ISO 18856 (Qualité de l'eau)	Dosage de certains phtalates par chromatographie phase gazeuse / spectrométrie de masse (GC/MS)	** . 0,1 à 1 (par extraction liquide / solide selon la norme NF EN ISO 18856) . 0,1 à 0,5 (par extraction liquide / liquide selon la norme NF EN ISO 6468)	O / N (extraction liquide/solide) O (extraction liquide/liquide)	Projet Horizontal CSS99042 **	Détermination des phtalates dans les déchets solides, boues, sédiments, sols . Extraction liquide / solide et quantification des phtalates par chromatographie phase gazeuse / spectrométrie de masse (GC/MS)	100 à 500	O
EPA 8061A***	Détermination des phtalates par chromatographie en phase gazeuse / détection par capture d'électron (GC/ECD)	0,9	N	EPA 8061A***	Détermination des phtalates par chromatographie en phase gazeuse, détection par capture d'électron (GC/ECD)	30 à 100	O
Incertitudes - Matrice eau				Incertitudes - Matrice sédiment			
Incertitude usuelle (k=2)		Mode d'estimation		Incertitude usuelle (k=2)		Mode d'estimation	
Extraction Liquide/Solide - GC/SM 56% (à une concentration de 0,33 µg/l) 24% (à une concentration de 0,8 µg/l) 32% (à une concentration de 1,2 µg/l)		.d'après l'approche contrôle interne INERIS, incertitude relative élargie selon XPT 90-220 (données sujettes à modification, carte de contrôle en cours de construction)		GC-MS 11 à 23% (à une concentration de 190 à 520 µg/kg-sol) 13 à 23% (à une concentration de 240 à 560 µg/kg-compost)		.d'après l'approche essai-interlaboratoires	
Références - Matrice eau				Références - Matrice sédiment			
* Préconisations de la norme NF EN ISO 18856 ** Données issues de l'essai interlaboratoire organisé en 2008 par INERIS				* NQ sédiment : La valeur seuil dans les sédiments est une valeur calculée à partir de la valeur seuil dans l'eau selon $[V_{Sed}] = [V_{Seau}] \times (0,696 + 0,22Koc)$ - 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 2000/60/DCE du 23 octobre 2000, ainsi qu'à la démarche à adopter pendant la phase transitoire (2005-2007) ** Projets accessibles sous http : //www.ecn.nl/horizontal/			