

# SUBSTANCES DE LA DIRECTIVE CADRE EAU



Composé				Formule développée ou élément chimique							
<h2 style="margin: 0;">Chorpyriphos (éthylchlorpyriphos)<sup>(1)</sup></h2>											
Code Sandre		Numéro CAS		Log Kow		Solubilité dans eau [mg/L]					
1083		2921-88-2		4,96		0,76 à 20°C, pH=7 ; 7,6					
Support de surveillance, fraction à analyser et codes sandre associés											
support	code support	fraction		code fraction	support	code support	fraction				
eau <sup>(2)</sup>	3	eau brute		23	sédiment	6	particules < 2 mm <sup>(3)</sup>				
NQE [µg/L]		CMA-NQE [µg/L]		NQ [µg/kg] de matière sèche							
Eaux Souterraines	Eaux de surface intérieures	Autres Eaux de surface		Sédiment							
0,1 0,5 (total pesticides)	0,03	0,03		3 <sup>(4)</sup> (donnée indicative dans sédiment calculée à partir de la valeur seuil dans l'eau en fonction du coefficient de partage avec le carbone organique total)							
Paramètres à déterminer au préalable											
Matières en suspension				Taux de matière sèche, COT							
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 ou libérer des composés interférents)</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>.Dans tous les cas, vérifier l'absence de polluants dans le flacon mis en œuvre (blanc de flaconnage)</p>		<p>.Flacons de 1 L en verre brun non pelliculés et prétraités (calcinés 8 H à 500 °C), bouchon à vis avec membrane en aluminium ou en polymères perfluorés.</p>		<p>.Remplir les flacons à ras bord destinés au laboratoire</p> <p>.Transporter dans une enceinte réfrigérée à 5 ± 3°C, à l'abri de la lumière, sous un délai de 24 H</p> <p>.Mesurer le pH. Si nécessaire, ajuster le pH avec l'acide chlorhydrique 0,1 mol/l ou de l'hydroxyde de sodium 0,1 mol/l immédiatement après l'échantillonnage, afin que le pH se situe entre 3,5 et 4,5. Si le pH n'est pas vérifié et contrôlé au moment de l'échantillonnage, en faire état dans le rapport d'essai. Noter le volume acide/base ajouté.</p> <p>.Extraire dès que possible, de préférence dans les 24 H après le prélèvement, si l'extraction est reportée au-delà de 1 jour, le dépassement du délai doit être noté dans le rapport d'essai.</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>.Transport en glacière 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: au solvant pour la verrerie jaugée (acétone, par exemple) et à 200°C pendant 12 H pour la verrerie non jaugée.</p> <p>.Remise à température ambiante en vue de l'analyse.</p> <p>.Ajuster le pH<sup>(1)</sup> à la valeur requise dans la méthode suivie.</p> <p>.Dans le cas où l'extraction est réalisée directement dans le flacon de prélèvement, agiter l'échantillon et éliminer la quantité nécessaire à l'ajout du solvant d'extraction.</p> <p>.Des blancs de verrerie doivent être réalisés.</p>		<p>.Les échantillons doivent être extraits dans les 24 H qui suivent le prélèvement.</p>		<p>. 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).</p> <p>. Prélèver un échantillon d'essai représentatif.</p> <p>. En l'absence d'homogénéité suffisante, conformément à l'ISO 14507 (2003) §8.2 Composés de point d'ébullition &lt; 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.</p> <p>. Ne réaliser aucun prétraitement de l'échantillon et réaliser l'extraction dès que possible pour éviter les pertes de substances</p>		<p>. 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.</p>					
Avis AQUAREF sur NQ - Matrice eau				Avis AQUAREF sur NQ - Matrice sédiment							
NQ/3 atteinte		Commentaires LQ		NQ/3 atteinte		Commentaires LQ					
<b>GC-MS, GC-ECD, GC-FPD : O</b> <b>GC-TSD : N</b>		<p>.Chromatographie en phase gazeuse - spectromètre de masse (GC-MS) : atteignable</p> <p>.Chromatographie en phase gazeuse - détecteur à capture d'électrons (GC-ECD) : atteignable</p> <p>.Chromatographie en phase gazeuse - détecteur à photométrie de flamme (GC-FPD) : difficilement atteignable</p> <p>.Chromatographie en phase gazeuse - détecteur thermoionique (GC-TSD) : non atteignable</p>		<b>GC-MS : O</b> <b>GC-NPD : données non disponibles</b> <b>GC-FPD : données non disponibles</b>		<p>. Chromatographie en phase gazeuse - détecteur spectromètre de masse (GC-MS) : atteignable</p> <p>. Chromatographie en phase gazeuse - détecteur azote/phosphore (GC-NPD) : LQ non disponible</p>					
Commentaires - Matrice eau				Commentaires - Matrice sédiment							
<p><sup>(1)</sup>La principale voie de dégradation chimique du chlorpyriphos est l'hydrolyse, suit ensuite la photolyse.</p> <p>Hydrolyse (T1/2) à 4,7-pH&lt;5,0 à 25°C; entre 63 et 73 jours</p> <p>Hydrolyse (T1/2) à 6,9-pH&lt;7,0 à 25°C; entre 16 et 35 jours</p> <p>Hydrolyse (T1/2) à pH=8,1 à 25°C; 23 jours</p> <p>EU (2005) - Environmental Quality Standards (EQS), Substance data sheet for priority substance N°9: Chlorpyrifos, CAS-N°2921-88-2,14p.</p> <p><sup>(2)</sup>Le chlorpyriphos-éthyl est préférentiellement présent dans le support eau (logkow &lt; 5), mais dans le cadre du programme de surveillance, il est également recherché dans le support sédiment.</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). La norme NF EN ISO préconise même une filtration dès 50 mg/l à cause du processus analytique utilisé.</p>				<p><sup>(3)</sup> selon la norme NF ISO 14507 précisant la fraction à analyser</p> <p><sup>(4)</sup> NQ sédiment : la valeur seuil dans les sédiment est une valeur calculée 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 2000/60/DCE du 23 octobre 2000, ainsi qu'à la démarche à adopter pendant la phase transitoire (2005-2007)</p> <p>Pour la partie matériel de prélèvement, des données proviennent du document "Analyse comparative des documents guides ou normes pour le prélèvement des sédiments en milieu continental" (Cemagref) disponible sur www.aquaref.fr</p>							
Performances des techniques sur la matrice eau				Performance des techniques sur la matrice sédiment							
<p>Note : Les données dans les graphes sont issues des limites de quantification (LQ) usuelles précisées en verso - matrice eau</p>				<p>Note : Les données dans les graphes sont issues des limites de quantification (LQ) usuelles précisées en verso - matrice sédiment</p>							

# 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 12918 (Octobre 1999) Qualité de l'eau		Dosage du parathion, méthyl-parathion et certains autres composés organophosphorés dans les eaux après extraction au dichlorométhane et analyse par chromatographie en phase gazeuse. -Extraction liquide-liquide en ampoule à décanter après ajustement du pH, si nécessaire, à une valeur comprise entre 3,5 et 4,5. -Concentration de l'extrait.		EPA - Méthode 8141.B		Composés organophosphorés par chromatographie gazeuse. 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), ou toute autre méthode d'extraction 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 3660), ou toute autre technique appropriée.	
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. - Dans le cas où le taux de matière en suspension est inférieur à 0,05g/L : extraction liquide-liquide directement dans le flacon de prélèvement après ajustement du pH à une valeur comprise entre 6 et 9. - Dans le cas où les teneurs attendues en composé étudié sont supérieures à 0,05 µg/L, l'extraction liquide-solide sur support solide type RP-C <sub>18</sub> (ou un autre adsorbant de performances comparables) est réalisable. S'il y a présence de matières en suspension, elles peuvent boucher le garnissage du support solide. Dans ce cas, filtrer l'échantillon d'eau sur un filtre en fibre de verre. Puis ajuster le pH de l'échantillon à une valeur comprise entre 6 et 9. Extraire. -Concentrer l'extrait		EPA - Méthode 1699 (Décembre 2007)		Pesticides dans l'eau, le sol, les sédiments, les biotes, et les tissus par GC/MS. Extraction: L'échantillon (10 g en poids sec) est enrichi par les pesticides analogues marqués isotopiquement et extrait au chlorure de méthylène, au mélange : chlorure de méthylène/hexane (1 : 1) ou au mélange acétone/hexane (1 : 1) au Soxhlet; ou avec du toluène dans un extracteur Soxhlet/Dean-Stark (SDS). .Concentration à l'évaporateur rotatif ou au Kuderna Danish et ajout d'étalon interne. .Purification possible: sur colonne SPE aminopropyl, sur florissil, sur Gel de silice, par perméation de gel, sur alumine.	
EPA - Méthode 1699 (Décembre 2007)		Pesticides dans l'eau, le sol, les sédiments, les biotes, et les tissus par GC/MS. Extraction: Si les échantillons ne peuvent pas être analysés dans les 72H, ajuster le pH à une valeur comprise entre 5 et 9. Les échantillons aqueux sont dopés en pesticides analogues marqués isotopiquement puis extraits à pH neutre avec du chlorure de méthylène soit par extraction par fluide supercritique (SFE) ou par extraction liquide/liquide en continu (LLE). .Concentration à l'évaporateur rotatif ou au Kuderna Danish et ajout d'étalon interne. .Purification possible: sur colonne SPE aminopropyl, sur florissil, sur Gel de silice, par perméation de gel, sur alumine.					
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 12918 (Octobre 1999) Qualité de l'eau	Chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à photométrie de flamme, ou à un détecteur phosphore /azote, ou à un spectromètre de masse. Le système chromatographique doit être équipé d'un système d'injection limitant la décomposition thermique de l'échantillon (dispositif d'injection dans la colonne ou programmable en température).	LLE GC-FPD : 0,02 <sup>(6)</sup>	N	EPA - Méthode 1699 (Décembre 2007)	Chromatographie en phase gazeuse haute résolution couplée à un spectromètre de masse haute résolution (GC-MS) .Quantification: Dans le cas où l'analogue marqué a pu être ajouté, quantification par dilution isotopique sinon quantification par étalonnage interne.	0,010 <sup>(7)</sup>	O
NF EN ISO 10695 (Juin 2000) Qualité de l'eau	. Chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur azote phosphore (GC-NPD), dans ce cas confirmation du résultat sur une seconde colonne capillaire de polarité différente. . Chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC-MS).	LLE GC-ECD : 0,005 <sup>(6)</sup> SPE GC-TSD : 0,05 <sup>(6)</sup> LLE GC-FPD : 0,02 <sup>(6)</sup> SBSE GC-MS : 0,01 <sup>(6)</sup>	L/L GC-ECD : O SPE GC-TSD : N L/L GC-FPD : N SBSE GC-MS : O	EPA - Méthode 8141.B (Révision 2 - Février 2007)	Composés organophosphorés par chromatographie gazeuse couplée à un détecteur azote phosphore (NPD) ou à un détecteur à photométrie de flamme (FPD) .Confirmation du résultat sur une seconde colonne capillaire de polarité différente ou par analyse par chromatographie gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC-MS).	Pas de LQ spécifiée, en raison des nombreuses combinaisons possibles.	s.o.
EPA - Méthode 1699 (Décembre 2007)	. Chromatographie en phase gazeuse haute résolution couplée à un spectromètre de masse haute résolution (GC-MS). .Quantification: Dans le cas où l'analogue marqué a pu être ajouté, quantification par dilution isotopique sinon quantification par étalonnage interne.	0,080 <sup>(6)</sup>	N				
Incertitudes - Matrice eau				Incertitudes - Matrice sédiment			
Incertitude usuelle (k=2)		Mode d'estimation		Incertitude usuelle (k=2)		Mode d'estimation	
SPE GC-TSD : 10% (concentrations 0,1 à 0,6 µg/L, eau naturelle)		XPT 90-220, approche 2 (contrôle interne)		Pas de données.		s.o.	
Références - Matrice eau				Références - Matrice sédiment			
<sup>(6)</sup> Limites analytiques issues du domaine d'application de la norme <sup>(6)</sup> LQ couramment constatées				<sup>(7)</sup> Limites analytiques issues du domaine d'application de la norme			