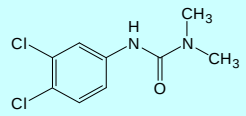
SUBSTANCES DE LA DIRECTIVE CADRE EAU

Composé	Formule développée ou élément chimique
Diuron	

Code Sandre	Numéro CAS	Log Kow	Solubilité dans eau [mg/L]
1177	330-54-1	2,8 source de l'information : portail substances chimiques www.ineris.fr	42 (à 25℃) source de l'information : portail substances chimiques www.ineris.fr

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 (3)	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	Autres Eaux de surface	Sédiment
s.o	0,2	0,2	1,8	1,8	S.O

Paramètres à déterminer au préalable

Matières en suspension (2) — Taux de matière sèche, COT (4)

Sur le terrain - Matrice Eau

Matériel de prélèvement	Flacons destinés à l'analyse	Prétraitement et transport
.Choisir son matériel en fonction de l'objectif du prélèvement, de la nature de l'eau et de la quantité à prélever .Eviter l'utilisation de matériels intermédiaires (entonnoirs, louches etc…) pour le remplissage des flacons .Utiliser un dispositif en verre ou en acier inoxydable .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 .Le matériel de prélèvement est conditionné et nettoyé soigneusement pour le prélèvement .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 .Dans tous les cas, vérifier l'absence de polluants dans le flaconnage mis en œuvre (blanc de flaconnage)	.Flacons de 1 L en verre brun non pelliculés et prétraités (calcinés 8 H à 500 ℃), bouchons à vis avec membrane en aluminium ou en polymères perfluorés.	.Remplir les flacons à ras bord destinés au laboratoire .Transporter à 5 ± 3℃, à l'abri de la lumière, sous un délai de 24 H .Extraire dès que possible après le prélèvement.

Sur le terrain - Matrice Sédiment

Matériel de prélèvement	Flacons destinés à l'analyse	Prétraitement et transport
.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,…) .Eviter toute contamination de l'échantillon (préserver la propreté de l'équipement d'échantillonnage, le nettoyer entre chaque prélèvement) .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. .Pour ne pas avoir de contamination éventuelle par l'outil, sous-échantillonner en évitant soigneusement les parois de l'outil .Préserver l'intégrité de la surface du sédiment et laisser la possibilité de réaliser un sous-échantillon d'une épaisseur définie. .Minimiser le lessivage de l'échantillon en remontant lentement l'outil de prélèvement.	.Flacons en verre brun à col large de 1 L préalablement calcinés à 500℃ pendant 8 H; capuchons vissés avec joint en polymères perfluorés .Les bouchons seront des capuchons vissés avec joints en polymères perfluorés .Dans tous les cas, vérifier l'absence de polluants dans le contenant mis en œuvre (blanc de flaconnage)	.Afin d'éviter les modifications dues à l'activité bactérienne, limiter au maximum l'air dans les échantillons par un remplissage complet du contenant .Transporter à 5 ± 3℃, à l'abri de la lumière, les échantillons doivent arriver au laboratoire dans les 24 H, suivant le prélèvement.

Au laboratoire - Matrice eau

Prétraitement	Stockage- Conservation
.Remise à température ambiante de l'échantillon en vue de l'analyse. .Si le flacon est complétement rempli, agiter l'échantillon et éliminer la quantité nécessaire à l'ajout du solvant d'extraction. .Nettoyage soigneux de la verrerie utilisée pour l'analyse: au solvant pour la verrerie jaugée (dichlorométhane, par exemple) et à 200℃ pendant 12 H pour la verrerie non jaugée. .Des blancs de verrerie doivent être réalisés.	.Les échantillons peuvent être conservés à 4 ± 2℃, mais pour une durée inférieure à 7 jours. .Les extraits en solvants séchés, obtenus à partir des échantillons, peuvent être conservés entre à 4 ± 2°C pendant 2 mois maximum.

Au laboratoire - Matrice sédiment

Prétraitement	Stockage- Conservation
. Mesurer le taux de matière sèche sur une aliquote selon la norme ISO 11465 (1993), au moment de l'analyse, pour exprimer les résultats en µg/kg de matière sèche. . Prélever un échantillon d'essai représentatif. . En l'absence d'homogénéité suffisante, conformément à l'ISO 14507 (2003) (§8.2 Composés de point d'ébullition < 300℃), 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 puis broyer sans séchage chimique préalable par sulfate de sodium anhydre. Ne réaliser aucun prétraitement de l'échantillon et réaliser l'extraction dès que possible pour éviter les pertes de substances.	. Les échantillons sont conservés à l'abri de la lumière, à 4 ± 2 ℃, ou à une température inférieure à - 20℃. . Les herbicides pouvant être sujets à conversion microbienne dans certaines conditions, il est recommandé de congeler les échantillons s'ils sont conservés plus de 2 jours.

Avis AQUAREF sur NQ - Matrice eau

NQ/3 atteinte	Commentaires LQ
O	.Chromatographie en phase liquide haute performance couplée à un spectromètre de masse en ionisation positive (HPLC/MS-EI) atteignable .Chromatographie en phase liquide haute performance avec détection UV (HPLC/UV) : atteignable

Avis AQUAREF sur NQ - Matrice sédiment

NQ/3 atteinte	Commentaires LQ
s.o	S.O

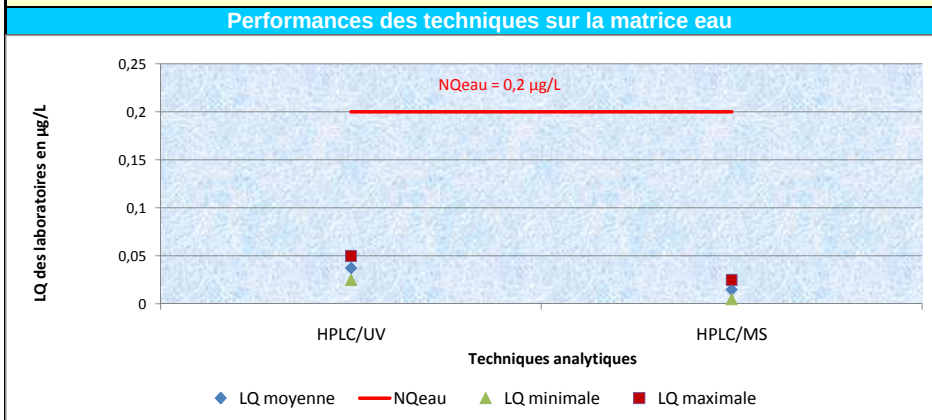
Commentaires - Matrice eau

(1) Le diuron est préférentiellement présent dans le support eau (logKow<5), mais dans le cadre du programme de surveillance, il est également recherché dans le support sédiment
(2) Dans la matrice eau, plusieurs groupes de paramètres sont analysés en parallèle pour un suivi des eaux de surface:
-6 fois par an : groupe 1 (température, oxygène dissous, saturation en O2 dissous, pH, conductivité) et groupe 2 (DBO5, DCO, NKj, NH4+, NO3-, NO2-, PO43-, P total, COD, MEST, turbidité, chlorophylle a, phéopigments, silice dissoute)
-2 fois par an : groupe 3 (chlorures, sulfates, bicarbonates, calcium, magnésium, sodium, potassium, dureté TH, TAC)

Commentaires - Matrice sédiment

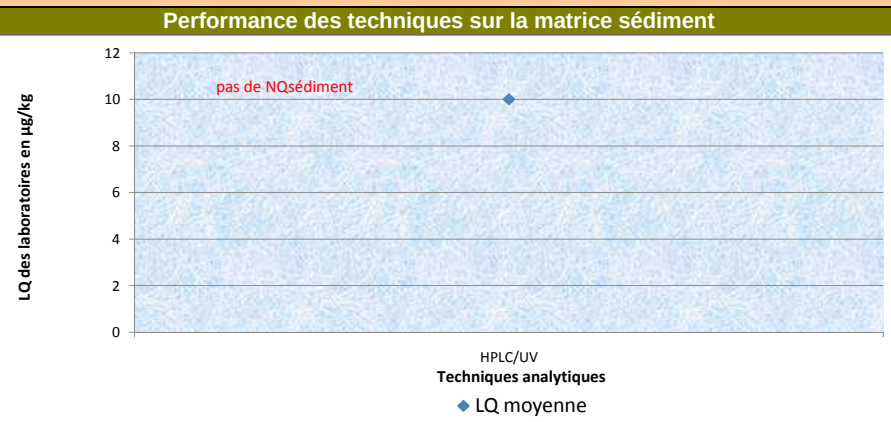
(3) selon la norme NF ISO 14507 précisant la fraction à analyser
(4) Dans la matrice sédiment, deux groupes de paramètres sont analysés en parallèle pour un suivi des eaux de surface:
1 fois par an : groupe 4 (granulométrie, perte au feu) et groupe 5 (aluminium, fer, manganèse)

Performances des techniques sur la matrice eau



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

Performance des techniques sur la matrice sédiment



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

Contact : Marie-Pierre.STRUB@ineris.fr

SUBSTANCES DE LA DIRECTIVE CADRE EAU

Au laboratoire - Matrice eau

Analyse - Exemples Extraction-Digestion

Minéralisation/Extraction - Norme	Minéralisation/Extraction - Intitulé
NF EN ISO 11369 (Novembre 1997) (Qualité de l'eau)	Dosage de certains agents de traitement des plantes - Méthode par chromatographie en phase liquide haute performance avec détection UV (HPLC/UV) après **extraction solide-liquide Extraction liquide -solide sur RP-C18** (Possibilité d'utiliser un autre absorbant si les performances sont comparables) en ajustant le pH de l'eau entre 6 et 8 soit par un acide minéral (H_3PO_4 par exemple) ou par de l'hydroxyde de sodium
EPA Méthode 532, Révision 1,0 (Juin 2000) Drinking water	Determination of phenyl urea compounds in drinking water by solid phase extraction and high performance liquid with UV detection **Extraction liquide - solide sur RP-C18 (Cartouche ou disque)**
U.S. Geological Survey National Water Quality Laboratory - (2001) Water - Test method 2060-1	Determination of Pesticides in Water by Graphitized Carbon-Based Solid-Phase Extraction and HPLC-MS (Dosage de pesticides dans l'eau en chromatographie liquide haute performance avec détection par spectrométrie de masse **Extraction liquide-solide sur carbone graphité)**

Analyse - Exemples Méthodes analytiques

Analyse - Norme	Analyse - Intitulé	LQ usuelles [µg/L]	Atteinte NQ/3 [O/N]
NF EN ISO 11369 (Novembre 1997) Qualité de l'eau	Dosage de certains agents de traitement des plantes - Méthode par **chromatographie en phase liquide haute performance avec détection UV (HPLC/UV)** après extraction solide-liquide Confirmation par réponse des signaux à plusieurs longueurs d'ondes. Confirmation supplémentaire possible par analyse en chromatographie gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC/MS)	0,05 [5] 0,025 [6]	**O**
EPA Méthode 532, Révision 1,0 (Juin 2000) Drinking water	Determination of phenyl urea compounds in drinking water by solid phase extraction and high performance liquid with UV detection Méthode par **chromatographie en phase liquide haute performance avec détection UV (HPLC/UV)**. Confirmation par par analyse sur une colonne de polarité différente	0,05 [5] 0,025 [6]	**O**
U.S. Geological Survey National Water Quality Laboratory - (2001) Water - Test method 2060 -1	Determination of Pesticides in Water by Graphitized Carbon-Based Solid-Phase Extraction and HPLC-MS (Dosage de pesticides dans l'eau en **chromatographie liquide haute performance avec détection par spectrométrie de masse en ionisation positive (HPLC/MS-EI).** Extraction liquide-solide sur carbone graphité)	0,005 [5] 0,025 [6]	**O**

Incertitudes - Matrice eau

Incertitude usuelle (k=2)	Mode d'estimation
HPLC/UV 55% (à une concentration de 0,05 µg/L - eaux propres)	XPT 90-220, approche 4 (qui donnera une évaluation de la variation induite par l'intervention de plusieurs laboratoires en même point de mesure) OCIL : AGLAE 2007

Références - Matrice eau

[5] Limites analytiques issues du domaine d'application de la norme
[6] LQ couramment constatées

Au laboratoire - Matrice sédiment

Analyse - Extraction - Digestion

Minéralisation/Extraction - Norme	Minéralisation/Extraction - Intitulé
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 répartition liquide/liquide et concentration** -Le remplacement du dichlorométhane par de l'éther de pétrole peut, dans le cas de certains sols, biaiser les résultats (biais négatif)

Analyse - Exemples Méthodes analytiques

Analyse (minéralisats) - Norme	Analyse - Intitulé	LQ usuelles [µg/kg] matière sèche	Atteint NQ/3 [/N]
NF ISO 11264 (mars 2008) (Qualité du sol)	Dosage des herbicides - Méthode par **HPLC avec détection par UV (HPLC/UV)** Confirmation des résultats conseillée par détecteur à barrette de diodes, ou par chromatographie gazeuse couplé 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	10 [7]	**s.o**

Incertitudes - Matrice sédiment

Incertitude usuelle (k=2)	Mode d'estimation
s.o	s.o

Références - Matrice sédiment

[7] Limites analytiques issues du domaine d'application de la norme