

SUBSTANCES DE LA DIRECTIVE CADRE EAU



Composés				Formule développée ou élément chimique							
para-para-DDT											
Code Sandre		Numéro CAS		Log Kow		Solubilité dans eau [mg/L]					
1144		50-29-3		6,91		0,0055 (à 25°C)					
Support de surveillance, fraction à analyser et codes sandre associés											
support	code support	fraction		code fraction	support	code support	fraction				
eau ⁽¹⁾	3	eau brute		23	sédiment	6	particules < 2 mm ⁽³⁾				
NQE [$\mu\text{g/L}$]		CMA-NQE [$\mu\text{g/L}$]			NQ [$\mu\text{g/kg}$] de matière sèche						
Eaux Souterraines	Eaux de surface intérieures	Autres Eaux de surface		Eaux de surface intérieures	Autres Eaux de surface						
0,1 0,5 (total)	0,01	0,01		s.o	s.o						
33,4 ⁽⁴⁾ (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 ⁽²⁾				Taux de matière sèche, COT ⁽⁵⁾							
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	
.Choisir son matériel en fonction de l'objectif du prélèvement, de la nature de l'eau et de la quantité à prélever. .Éviter l'utilisation de matériels intermédiaires (entonnoirs, louches etc...) pour le remplissage des flacons. .Ne rincer le matériel de prélèvement et les flacons avec l'eau à prélever qu'après vérification par des essais qu'aucune perte par adsorption ne peut se produire lors de cette étape. .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. .Utiliser un dispositif en verre ou en acier inoxydable (les matériaux en plastiques peuvent occasionner une perte de substance à échantillonner) .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 et tout matériel intermédiaire éventuel avec l'eau du lieu de prélèvement.		.Flacons compris entre 1 L et 5 L en verre brun non pelliculés prétraités (calcinés 8 H à 500 °C), bouchons à vis avec membrane en aluminium ou en polymères fluorés .Dans tous les cas, vérifier l'absence de polluants dans le flacon mis en œuvre (blanc de flaconnage)		.Ne pas remplir complètement les flacons destinés au laboratoire, les remplir entre 80% et 90% de leur capacité. .Vérifier la valeur du pH et la corriger juste après le prélèvement à une valeur comprise entre 5 et 7,5 si nécessaire. .Si la présence de chlore libre est suspectée (bandelette-test de sensibilité 0,5 mg/L), ajouter 80 mg de thiosulfate de sodium pentahydraté (Na ₂ SO ₄ , 5H ₂ O) pour 1 L d'échantillon dans le récipient avant le prélèvement. .Transporter les échantillons à 4 ± 2°C, à l'abri de la lumière, sous un délai de 24 H. .Extraire dès que possible (de préférence dans les 24 H après le prélèvement).		.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,...) .Éviter toute contamination de l'échantillon (préserver la propreté de l'équipement d'échantillonnage, le nettoyer entre chaque prélèvement) .Choisir le matériel 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 minimum (à adapter selon la quantité d'échantillon nécessaire pour les analyses. Les flacons seront préalablement calcinés à 500°C pendant 8 H; 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 ou à la volatilisation, limiter au maximum l'air dans les échantillons par un remplissage complet du contenant .Transporter les échantillons à 5 ± 3°C, à l'abri de la lumière, dans les 24 H maximum	
Au laboratoire - Matrice eau				Au laboratoire - Matrice sédiment							
Prétraitement		Stockage- Conservation		Prétraitement		Stockage- Conservation					
.Remise à température ambiante en vue de l'analyse .Nettoyage soigneux de la verrerie utilisée pour l'analyse en effectuant plusieurs rinçages au solvant préconisé (hexane, par exemple) pour la verrerie jaugée ou à 200°C pendant 12 H pour la verrerie non jaugée (afin d'éviter des valeurs de blancs élevées) .Des blancs de verrerie doivent être réalisés.		.Les échantillons doivent être extraits dans les 24 H qui suivent le prélèvement .Ne pas placer les échantillons à proximité de solutions de pesticides organochlorés concentrés .Les extraits en solvant séchés, obtenus à partir des échantillons, peuvent être conservés entre 5 ± 3°C pendant 5 jours.		.Mesurer le taux de matière sèche (en % pour la fraction particules < 2 mm - code fraction 32) sur une aliquote séparée au moment de l'analyse pour exprimer les résultats en $\mu\text{g/kg}$ de matière sèche de particules < 2 mm (ISO 11465) .selon NF ISO 14507 (§8.2 composés volatils : aucun prétraitement ou selon projet horizontal CSS99040 : aucun prétraitement ou séchage cryogénique) .Remise à température ambiante en vue de l'analyse .Nettoyage soigneux de la verrerie utilisée pour l'analyse en effectuant plusieurs rinçages au solvant préconisé (hexane) afin d'éviter des valeurs de blancs élevées.		.Les échantillons sont conservés à l'abri de la lumière, à 5 ± 3°C et doivent être extraits dans les sept jours qui suivent le prélèvement. .Pour les échantillons séchés, la durée de conservation est prolongée à 1 mois.					
Avis AQUAREF sur NQ - Matrice eau				Avis AQUAREF sur NQ - Matrice sédiment							
NQ/3 atteinte		Commentaires LQ		NQ/3 atteinte		Commentaires LQ					
GC-ECD : O GC-MS : N		.chromatographie en phase gazeuse - détecteur à capture d'électrons (GC-ECD) avec mise en place de processus appropriés : difficilement atteignable .chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC-MS-EI) : non atteignable		O		NQE/3 atteinte en GC-MS - pas de données en GC-ECD					
Commentaires - Matrice eau				Commentaires - Matrice sédiment							
⁽¹⁾ Le composé étant volatil, le traitement de l'échantillon brut par filtration est à proscrire, les substances sont à rechercher sur l'eau brute ⁽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 O ₂ dissous, pH, conductivité) et groupe 2 (DBO ₅ , DCO, NKj, NH ₄ ⁺ , NO ₃ ⁻ , NO ₂ ⁻ , PO ₄ ³⁻ , 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) *Du fait de son caractère hydrophobe, le 4,4'-DDT est préférentiellement présent dans les sédiments (log Kow>5), mais dans le cadre du programme de surveillance il doit être recherché dans l'eau, la NQE étant fixée dans l'eau (substance de l'état chimique)				⁽³⁾ Selon la norme NF ISO 14507 précisant la fraction à analyser ⁽⁴⁾ NQ sédiment : La valeur seuil dans les sédiments est une valeur calculée à partir de la valeur seuil dans l'eau selon [V _{Ssed}] = [V _{Seau}] 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 de transitoire (2005-2007). ⁽⁵⁾ 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				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 eau				Note : Les données dans les graphes sont issues des limites de quantification (LQ) usuelles précisées en verso - matrice sédiment							

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 ISO 6468 (Février 1997) l'eau		Qualité de Dosage de certains insecticides organochlorés, des polychlorobiphényles et des chlorobenzènes/méthode par chromatographie en phase gazeuse après extraction liquide/liquide		NF ISO 10382 (Mars 2003) Qualité du sol		Dosage des pesticides organochlorés et des biphényles polychlorés - méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (GC-ECD) Extraction liquide/liquide	
Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec - MA. 403 – P. Ocl 4.0 (avril 2008) ⁽⁷⁾		Méthode d'analyse - Détermination des pesticides de type organochloré - extraction avec l'hexane et du dichlorométhane : dosage par chromatographie en phase gazeuse - Extraction liquide/liquide		EPA 3540C (décembre 1996) EPA 3545A (février 2007) EPA 3550C (février 2007)		3540C : Extraction Soxhlet (soxhlet extraction) 3545A : Extraction sous pression, à haute température (ASE) (Pressurized fluid extraction (PFE)) 3550C : Ultrasons (Ultrasonic extraction)	
EPA 3510C (décembre 1996) EPA 3520C (décembre 1996)		3510C : Extraction liquide/liquide, séparation en ampoule (Separatory funnel liquid-liquid extraction) 3520C : Extraction liquide/liquide en continu (continuous liquid-liquid extraction)					
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 [O/N]
NF EN ISO 6468 (Février 1997) Qualité de l'eau	Dosage de certains insecticides organochlorés, des polychlorobiphényles et des chlorobenzènes/méthode par chromatographie en phase gazeuse - détecteur à capture d'électrons (GC-ECD) après extraction liquide/liquide	0,001 à 0,010 ⁽⁶⁾	O	NF ISO 10382 (Mars 2003) Qualité du sol	Dosage des pesticides organochlorés et des biphényles polychlorés - méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (GC-ECD)	0,15 ⁽⁶⁾	O
Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec - MA. 403 – P. Ocl 4.0 (avril 2008) ⁽⁷⁾	Détermination des pesticides de type organochloré: extraction avec de l'hexane et du dichlorométhane: dosage par chromatographie en phase gazeuse (détection GC-MS-EI)	0,14 ⁽⁶⁾	N	EPA 8270D (Février 2007)	Composés organiques semi-volatils par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS)	aucune caractéristique de performance indiquée	s.o
EPA 8270D (Février 2007)	Composés organiques semi-volatils par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS)	aucune caractéristique de performance indiquée	s.o				
Incertitudes - Matrice eau				Incertitudes - Matrice sédiment			
Incertitude usuelle (k=2)		Mode d'estimation		Incertitude usuelle (k=2)		Mode d'estimation	
non disponible		s.o		non disponible		s.o	
Références - Matrice eau				Références - Matrice sédiment			
⁽⁶⁾ Limites analytiques issues du domaine d'application de la norme ⁽⁷⁾ Téléchargeable à http: http://www.ceeaeq.gouv.qc.ca/methodes/pdf/MA403POcl40.pdf				⁽⁸⁾ Limite de détection issue du domaine d'application de la norme			