

Tests d'extraction sur place Application aux Départements d'outre-mer

Développement et optimisation des technologies innovantes de
prélèvement et d'analyse

Anne TOGOLA

Février 2013

Programme scientifique et technique
Année 2012

Document final

Ce rapport a été réalisé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2012

Auteur (s) : Togola Anne
BRGM, Direction des Laboratoires
a.togola@brgm.fr

Vérification du document :

C. Margoum
IRSTEA
christelle.margoum@irstea.fr

C. Berho
BRGM, Direction des Laboratoires
c.berho@brgm.fr

Les correspondants

Onema : STAUB Pierre Francois Pierre-françois.staub@onema.fr

Etablissement : J.P. Ghestem, jp.ghestem@brgm.fr

Référence du document : Anne TOGOLA (2012) – Tests d'extraction sur place Application aux Départements d'outre-mer– Rapport final AQUAREF 2012. BRGM/RP-62171-FR - 31 p., 10 ill.

Droits d'usage :	<i>Accès libre</i>
Couverture géographique :	<i>International</i>
Niveau géographique :	<i>National</i>
Niveau de lecture :	<i>Professionnels, experts</i>
Nature de la ressource :	<i>Document</i>

SOMMAIRE

1. Contexte de l'étude.....	5
2. Description des conditions expérimentales	5
2.1. PLAN D'EXPERIENCE MIS EN ŒUVRE.....	5
2.2. MATERIEL D'EXTRACTION.....	6
2.3. COMPOSES ETUDIES.....	6
2.4. PROTOCOLE ANALYTIQUE	7
3. RESULTATS	8
3.1. STABILITE DES ECHANTILLONS SUR 1 SEMAINE	8
4. FAISABILITE OPERATIONNELLE	12
4.1. EXPERIMENTATION SUR PLACE	12
4.2. TRANSPORT ET CONSERVATION DES ECHANTILLONS.....	12
5. Conclusion	14

LISTE DES FIGURES ET/OU TABLEAUX

Illustration 5 : Etape d'extraction des eaux sur cartouche.....	6
Illustration 1 : Liste des composés d'intérêt pour l'étude.	7
Illustration 2 : résultats de stabilité (1/3).....	8
Illustration 3 : résultats de stabilité (2/3).....	9
Illustration 4 : résultats de stabilité (3/3).....	9
Illustration 6 : variabilité selon le type d'extraction des échantillons	10
Illustration 7 : spécificité de l'imazalil.....	11
Illustration 8 : Comparaison flacon de prélèvement eau/ thermos de stockage de l'intégralité des cartouches.....	13
Illustration 9 : les cartouches + pack réfrigérant dans le thermos.	13
Illustration 10 : suivi de la température par Tynitag.....	14

LISTE DES ANNEXES :

Annexe 1 données physicochimiques des eaux utilisées pour l'essai	
---	--

RESUME : La mise en place des programmes de surveillance DCE dans les départements d'outre-mer présente certaines difficultés liées au manque de potentiels analytiques sur place et à l'éloignement géographique. Les échantillons d'eaux prélevés dans les DOM sont le plus souvent envoyés pour analyse en métropole. La durée du transport et les conditions de conservation des échantillons sont des éléments importants pour la fiabilité des résultats pour beaucoup de substances. Le travail effectué en 2011 (Rapport RP-60415-FR) a mis en évidence la faisabilité technique d'une nouvelle option : réaliser l'étape la plus critique d'extraction des échantillons sur place avant d'envoyer les extraits en métropole si besoin. Les résultats de cette première étude, réalisée en condition de laboratoire « expert » étant positif, il a été réalisé en 2012 une nouvelle étude, directement en DOM afin de mettre en évidence :

- Les infrastructures et matériels nécessaires à la mise en place de ces manipulations
- La validité technique des mesures effectuées en conditions dégradées.

Pour cela une expérimentation a été menée en décembre 2012, lors de laquelle les extractions sur cartouches ont été réalisées dans les infrastructures du BRGM/ Guyane. Les échantillons, supplémentés en différentes substances phytosanitaires ont été d'une part extraits sur place (chargement des cartouches) puis envoyés pour élution et analyse en métropole. D'autre part, les mêmes échantillons d'eau ont été directement envoyés au laboratoire du BRGM en métropole pour y subir l'extraction complète afin de pouvoir comparer les conditions de conservation.

Les résultats mettent en évidence la faisabilité d'une telle démarche :

- Les résultats sur cartouches sont aussi pertinents que les analyses des eaux effectuées intégralement au laboratoire
- Les moyens nécessaires à la mise en œuvre de cette opération sont accessibles à tout laboratoire de physico-chimie de « routine » aussi bien d'un point de vue technicité qu'en ce qui concerne les infrastructures nécessaires.
- Les délais de transfert des cartouches vers des laboratoires pour les analyses des cartouches n'impactent pas la qualité de l'analyse.

L'étape suivante de ce travail est une évaluation précise des besoins nécessaires à la mise en place de cette étape dans différents sites en DOM et la résolution de la question d'accréditation de ce type d'analyses (deux sites indépendants intervenant sur le traitement de l'échantillon).

Les molécules étudiées sont des substances phytosanitaires plutôt polaires, ce qui ne permet pas de généraliser cette étude à tous les composés phytosanitaires d'intérêt.

Mots clés (thématique et géographique) : DOM; Guyane, analyse chimique; surveillance; SPE; extraction; qualité

ABSTRACT :

The implementation of the WFD monitoring programs in the overseas departments highlight some difficulties related to the lack of local analytical laboratories and to the geographical isolation.

Work achieved in 2011 (Rapport RP-60415-FR) has highlighted the relevance of an "on-site" extraction before sending samples in mainland France by using the extraction on solid phase (SPE). This complementary work has been undertaken to document:

The need of specific materials and laboratory infrastructure for the implementation of these experiments

The technic validity of measurements obtained in degraded conditions. For that, the assay has been undertaken in French Guyana, with sampling and extraction of several water samples spiked with pesticides. Spiked water and SPE cartridges have been sent to the laboratory for simultaneous analysis.

Results have shown a good stability of pesticides on cartridges, with no impact of the transport time on the recovery.

The infrastructure needed with the minimum of required material for having good work conditions has been identified.

This work has been undertaken on polar pesticides and need to be validated on a largest number of molecules but is very promising

Key words (thematic and geographical area) : overseas territorial departments; Guyane, chemical analysis; monitoring; SPE; extraction; water quality

Document public



Géosciences pour une Terre durable

brgm



Tests d'extraction sur place Application aux Départements d'outre- mer

Rapport final
BRGM/RP-62171-FR
Février 2013

Étude réalisée dans le cadre des projets
de Service public du BRGM

A. TOGOLA

Vérificateur :

Nom : BERHO Catherine

Date : 05/02/2013

Signature :

Approbateur :

Nom : GABORIAU Hervé

Date : 07/02/2013

Signature :

En l'absence de signature, notamment pour les rapports diffusés en version numérique, l'original signé est disponible aux Archives du BRGM.

Le système de management de la qualité du BRGM est certifié AFAQ ISO 9001:2008.

Mots-clés : DOM; Guyane, analyse chimique; surveillance; SPE; extraction; qualité

En bibliographie, ce rapport sera cité de la façon suivante :

TOGOLA Anne (2012) – Tests d'extraction sur place Application aux Départements d'outre-mer– Rapport final AQUAREF 2012. BRGM/RP-62171-FR - 31 p., 10 ill.

© BRGM, 2012, ce document ne peut être reproduit en totalité ou en partie sans l'autorisation expresse du BRGM.

Synthèse

La mise en place des programmes de surveillance DCE dans les départements d'outre-mer présente certaines difficultés liées au manque de potentiels analytiques sur place et à l'éloignement géographique. Les échantillons d'eaux prélevés dans les DOM sont le plus souvent envoyés pour analyse en métropole. La durée du transport et les conditions de conservation des échantillons sont des éléments importants pour la fiabilité des résultats pour beaucoup de substances.

Le travail effectué en 2011 (Rapport RP-60415-FR) a mis en évidence la faisabilité technique d'une nouvelle option : réaliser l'étape la plus critique d'extraction des échantillons sur place avant d'envoyer les extraits en métropole si besoin. Les résultats de cette première étude, réalisée en condition de laboratoire « expert » étant positif, il a été réalisé en 2012 une nouvelle étude, directement en DOM afin de mettre en évidence :

- Les infrastructures et matériels nécessaires à la mise en place de ces manipulations
- La validité technique des mesures effectuées en conditions dégradées.

Pour cela une expérimentation a été menée en décembre 2012, lors de laquelle les extractions sur cartouches ont été réalisées dans les infrastructures du BRGM/ Guyane

Les échantillons, supplémentés en différentes substances phytosanitaires ont été d'une part extraits sur place (chargement des cartouches) puis envoyés pour élution et analyse en métropole. D'autre part, les mêmes échantillons d'eau ont été directement envoyés au laboratoire du BRGM en métropole pour y subir l'extraction complète afin de pouvoir comparer les conditions de conservation.

Les résultats mettent en évidence la faisabilité d'une telle démarche :

- Les résultats sur cartouches sont aussi pertinents que les analyses des eaux effectuées intégralement au laboratoire
- Les moyens nécessaires à la mise en œuvre de cette opération sont accessibles à tout laboratoire de physico-chimie de « routine » aussi bien d'un point de vue technicité qu'en ce qui concerne les infrastructures nécessaires.
- Les délais de transfert des cartouches vers des laboratoires pour les analyses des cartouches n'impactent pas la qualité de l'analyse.

L'étape ultérieure à ce travail est une évaluation précise des besoins nécessaires à la mise en place de cette étape dans différents sites en DOM et la résolution de la question d'accréditation de ce type d'analyses (deux sites indépendants intervenant sur le traitement de l'échantillon).

Les molécules étudiées sont des substances phytosanitaires plutôt polaires, ce qui ne permet pas de généraliser cette étude à tous les composés phytosanitaires d'intérêt.

1. Contexte de l'étude

En 2011, des expérimentations en laboratoire ont été menées afin d'étudier la faisabilité de déporter l'étape d'extraction des substances phytosanitaires des eaux à proximité des sites d'échantillonnage, afin de limiter les volumes d'échantillons transportés (limitation de cout) tout en préservant voir en améliorant la stabilité des molécules avant leur analyse.

Pour cela, il a été choisi de travailler dans une des antennes du BRGM en Outre-Mer, la Guyane, qui ne possède pas d'infrastructure de préparation des échantillons.

L'intégralité du matériel nécessaire a été amenée dans la station, installée et utilisée par un agent expérimenté du Laboratoire du BRGM.

2. Description des conditions expérimentales

2.1. PLAN D'EXPERIENCE MIS EN ŒUVRE

Pour obtenir des résultats dans des conditions réalistes (matrices naturelles), des échantillons ont été prélevés sur différents sites (eau souterraine et eau de surface) quelques jours avant la mise en place de l'expérimentation. Les échantillons ont été prélevés les 03 et 04 décembre 2012. Les caractéristiques physico-chimiques des eaux sont assez différentes (cf Annexe 1).

6 sites ont été retenus, en fonction des campagnes de prélèvements prévues dans le SGR Guyane :

- Camopi eau souterraine
- Maripasoula -eau souterraine
- PNR : office de Guyane -eau souterraine
- lac-des américains-eau souterraine
- lac-des américains -eau de surface
- la Comté-eau de surface:

Pour chaque site, un dopage a été effectué entre le 05 décembre et le 06 décembre sur 5 échantillons de 500mL. Le niveau de dopage a été fixé à 0.1µg/L de chaque molécule, afin de rester dans des conditions à la fois réalistes d'un point de vue des teneurs mesurables sur échantillons réels, mais aussi permettant de mettre en évidence une potentielle dégradation lors de l'expérience.

Deux de ces échantillons ont été placés au réfrigérateur jusqu'à l'envoi au laboratoire.

Trois de ces échantillons ont été extraits sur site. Après extraction et séchage, les cartouches sont placées dans une boîte étanche, contenant du silicagel pour limiter la prise d'humidité et réfrigérées jusqu'à l'envoi au laboratoire.

L'envoi a été effectué le 08 décembre et la réception au laboratoire le 12 décembre.

Les extractions des eaux et éluions des cartouches ont été réalisées les 12 et 13 décembre, soit 8 jours après le dopage.

L'échantillon de Camopi (eau souterraine) n'a pu être extrait : le forage étant défectueux (rupture du tube du piézomètre), une quantité de matière en suspension (due à l'entrée de sol dans le piézomètre) a rendu l'extraction sur site irréalisable.

Les résultats seront donc présentés sur 5 stations.

2.2. MATERIEL D'EXTRACTION

- Le matériel nécessaire aux essais a été amené de la Direction des Laboratoires du BRGM vers le SGR Guyane par transporteur.
- Afin de répondre au mieux aux questions posées quant au matériel nécessaire minimal, il a été décidé de travailler en « conditions dégradées » : seul le matériel minimum nécessaire a été employé :
 - Pompe à vide
 - Cuve d'extraction SPE
 - Tubulure
 - Pipette 5 mL
 - Micropipette automatique
 - Système de vidange de la cuve SPE

Les solvants nécessaires au conditionnement des cartouches et les solutions de traceurs et de dopage ont été préparés au laboratoire.



Illustration 1 : Etape d'extraction des eaux sur cartouche

2.3. COMPOSES ETUDIES

Les résultats obtenus en 2011 ont montré des comportements différents selon les classes chimiques des composés phytosanitaires. Les mêmes molécules ont été retenues pour cette étude. L'analyse des composés est réalisée dans les laboratoires du BRGM.

Applicabilité de l'extraction déportée

Pesticides neutres 1 (PN1)				Pesticides neutres 2 (PN2)							
molécules	Numéro CAS	Sandre	Log Kow	molécules	Numéro CAS	Sandre	LogKow	molécules	Numéro CAS	Sandre	Log Kow
Acétochlore	34256-82-1	1903	3,03	Azaconazole	60207-31-0	2014	2,32	Azoxystrobine	131860-33-8	1951	2,5
Alachlore	15972-60-8	1101	3,52	Monuron	150-68-5	1228	1,94	Penconazole	66246-88-6	1762	3,72
Amétryne	834-12-8	1104	2,98	Bitertanol	55179-31-2	1529	4,16	Prochloraze	67747-09-5	1253	4,1
Atrazine	1912-24-9	1107	2,61	Boscalide	188425-85-6	5526	2,96	Propiconazole	60207-90-1	1257	3,72
Chlortoluron	15545-48-9	1136	2,41	Chloroxuron	1982-47-4	1683	3,7	Prosulfocarbe	52888-80-9	1092	4,65
Cyanazine	21725-46-2	1137	2,22	Métoxuron	19937-59-8	1222	1,64	Tébuconazole	107534-96-3	1694	3,7
Déséthylatrazine	30125-63-4	1108	1,51	Cyprodinil	121552-61-2	1359	4	Tétraconazole	112281-77-3	1660	3,56
Déséthylterbuthylazine	30125-63-4	2045	2,3	Epoxiconazole	106325-08-0	1744	3,44	Trifloxystobine	141517-21-7	2678	4,5
Désisopropylatrazine	1007-28-9	1109	1,15	Napropamide	15299-99-7	1519	3,36	Imazaméthabenz-CH3	81405-85-8	1911	1,68
Desmétryne	1014-69-3	1155	2,38	Fluzilazole	85509-19-9	1194	3,7	Méthabenzthiazuron	18391-97-9	1216	2,64
Diuron	330-54-1	1177	2,68	Hexaconazole	79983-71-4	1405	3,9	Métobromuron	3060-89-7	1515	2,38
Hexazinon	51235-04-2	1673	1,85	Imazalil	35554-44-0	1704	3,82	Fenpropimorphe	67564-91-4	1189	4,93
Isoproturon	34123-59-6	1208	2,87	Propanil	709-98-8	1532	3,07	Diméthénamide	87674-68-8	1678	2,15
Isoproturon-1CH ₃	34123-57-4	2738	nd	Isoxaben	82558-50-7	1672	3,94	Difénoconazole	119446-68-3	1905	4,3
isoproturon-2CH ₃	56046-17-4	2847	nd	Métalaxyl	57837-19-1	1705	1,65	Cyproconazole	94361-06-5	1680	2,9
Linuron	330-55-2	1209	3,2	Métamitron	41394-05-2	1215	0,83				
Métaazachlore	67129-08-2	1670	2,13	Metconazole	125116-23-6	1879	3,85				
Métolachlore	51218-45-2	1221	3,13	Néburon	555-37-3	1520	4,1				
Prométryne	7287-19-6	1254	3,51	Métribuzine	21087-64-9	1225	1,7				
Propazine	139-40-2	1256	2,93	Monolinuron	1746-81-2	1227	2,3				
Propyzamide	23950-58-5	1414	3,43								
Sébutylazine	7286-69-3	1923	2,61								
Simazine	122-34-9	1263	2,18								
Terbuthylazine	5915-41-3	1268	3,21								
Terbutryne	886-50-0	1269	3,74								

Illustration2 : Liste des composés d'intérêt pour l'étude.

2.4. PROTOCOLE ANALYTIQUE

Les eaux sont extraites selon le mode opératoire en vigueur au laboratoire, accrédités COFRAC en portée flexible pour une partie des molécules cibles.

Le protocole d'extraction est similaire pour les deux groupes de molécules. Les cartouches (OASIS HLB 500mg) sont conditionnées (méthanol, acétonitrile, eau pH7). L'échantillon (500 mL) est supplémenté par la solution de dopage et par la solution de traceurs deutérés (atrazine d5), puis chargé sur la cartouche (sur site sur un système manuel VISIPREP, au laboratoire sur un système automatisé GILSON). Les cartouches sont ensuite séchées pendant 1 h (aspiration sur site, flux d'azote au laboratoire).

Pour les échantillons traités sur site, une fois séchées, les cartouches sont emballées dans du papier d'aluminium et stockées dans une boîte hermétique contenant du desséchant (Silicagel, Sigma Aldrich) et conservées au réfrigérateur jusqu'à expédition.

Les eaux envoyées directement au laboratoire sont juste dopées avec la solution de dopage. La solution de traceurs est ajoutée à réception au laboratoire. Dans les deux cas, l'analyse est réalisée par UPLC/MS/MS.

3. RESULTATS

3.1. STABILITE DES ECHANTILLONS SUR 1 SEMAINE

Les résultats de stabilité sont présentés dans les graphes ci-dessous. Pour chaque molécule, le taux de récupération (exprimant la concentration mesurée par rapport à la concentration théorique de dopage) est présenté pour chaque type d'échantillon (2 eaux souterraines et 3 eaux de surface) pour les mesures sur cartouche extraite sur site (vert) et pour les extractions effectuées dans les eaux lors de l'arrivée au laboratoire (bleu).

L'intégralité des résultats est présentée dans les 3 illustrations suivantes. Les moyennes des réplicats sont présentés pour les 5 échantillons, pour les cartouches et les eaux.

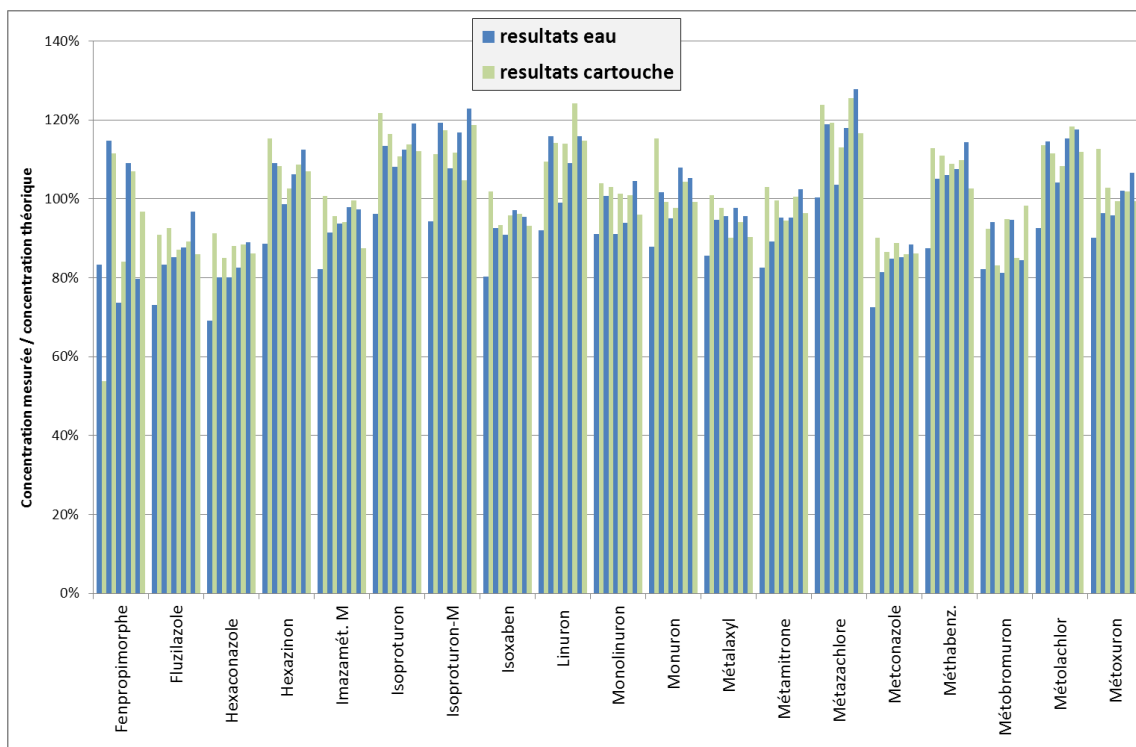


Illustration 3 : résultats de stabilité (1/3).

Applicabilité de l'extraction déportée

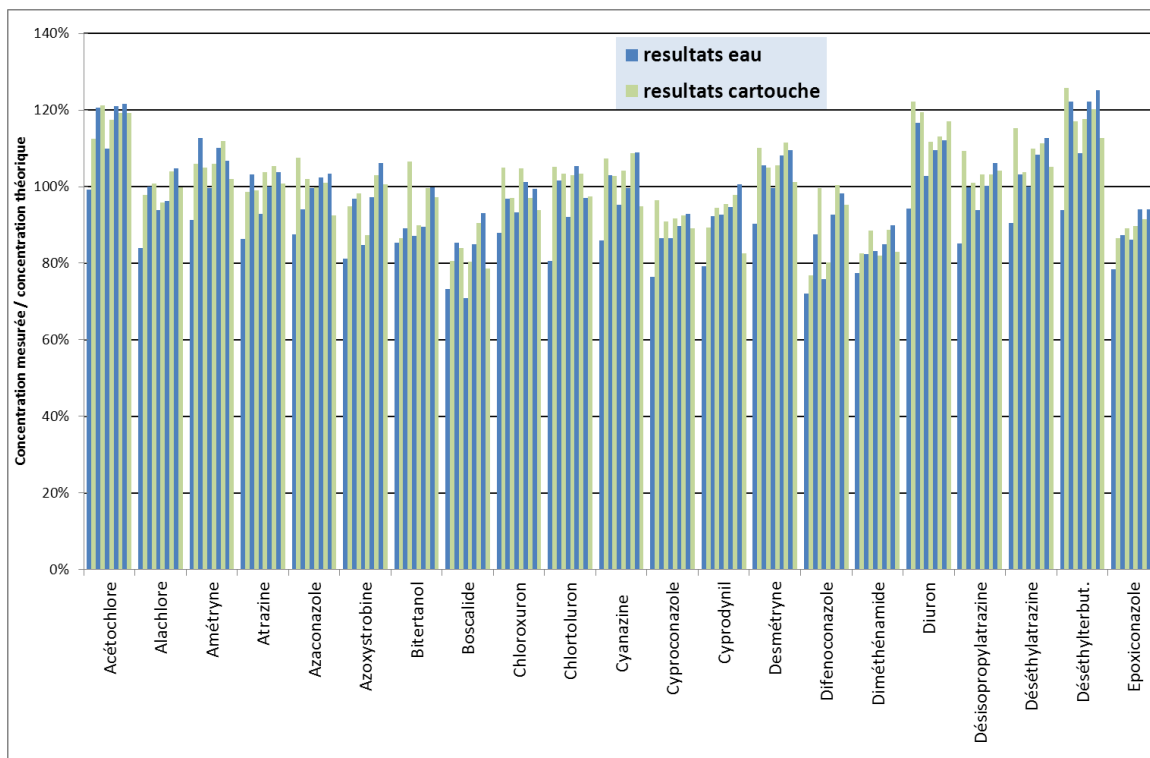


Illustration 4 : résultats de stabilité (2/3).

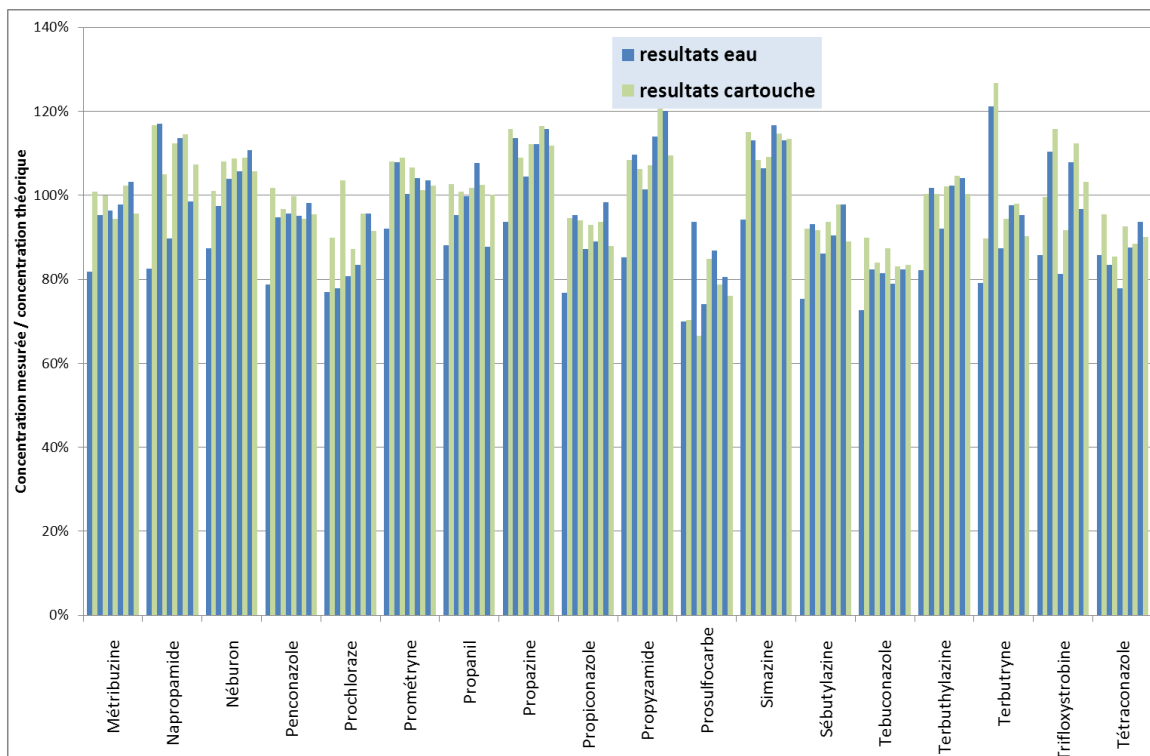


Illustration 5 : résultats de stabilité (3/3).

Ces résultats mettent en évidence :

- **Une stabilité des échantillons d'eau dopée sur 8 jours de stockage (à 4°C pendant 4 jours et avec un maximum de 15°C pendant le transport).**

Les rendements de récupération (ratio concentration mesurée/ concentration théorique de dopage) sont compris entre 75% et 120 % pour toutes les molécules. La stabilité est bonne, aussi bien sur les eaux extraites au laboratoire que sur les échantillons extraits sur cartouche sur place.

L'illustration 6 présente les résultats obtenus, tout type d'eau confondu pour les cartouches et les eaux. La reproductibilité obtenue est comparable à celle rencontrée dans les conditions optimales de traitement (conditions de laboratoire) et non significativement différente (compte -tenu des incertitudes) entre les deux modes de traitement des échantillons.

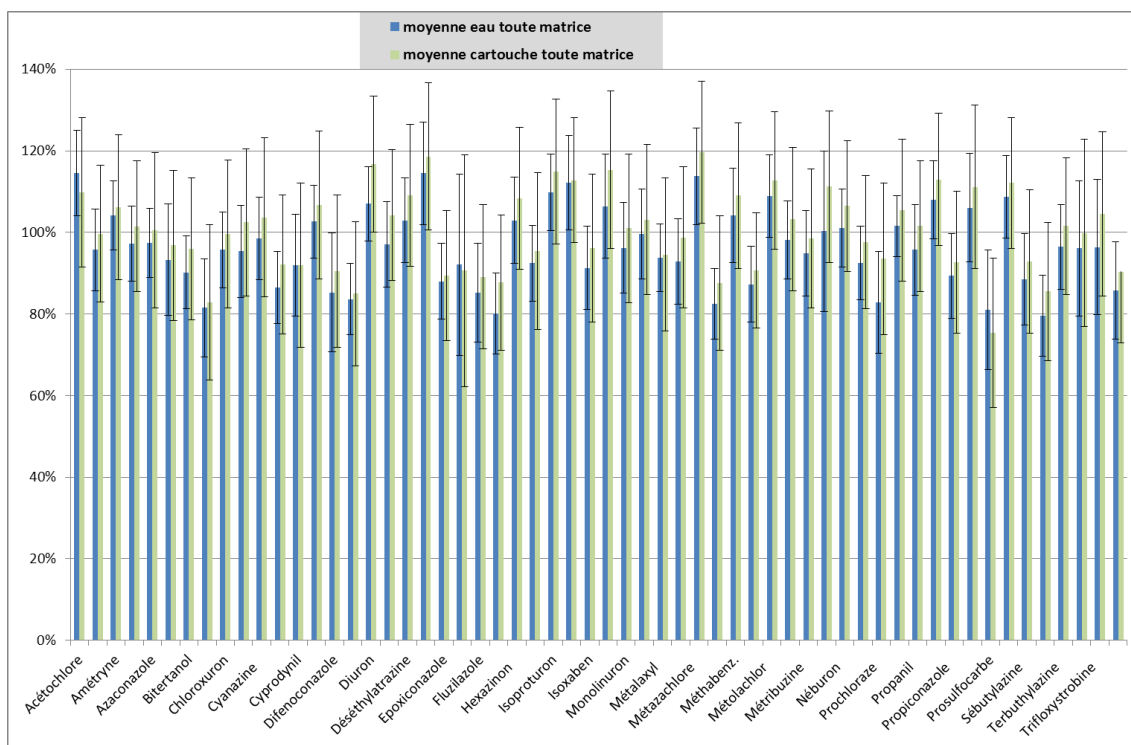


Illustration 6 : variabilité selon le type d'extraction des échantillons (10 échantillons d'eau et 15 cartouches)

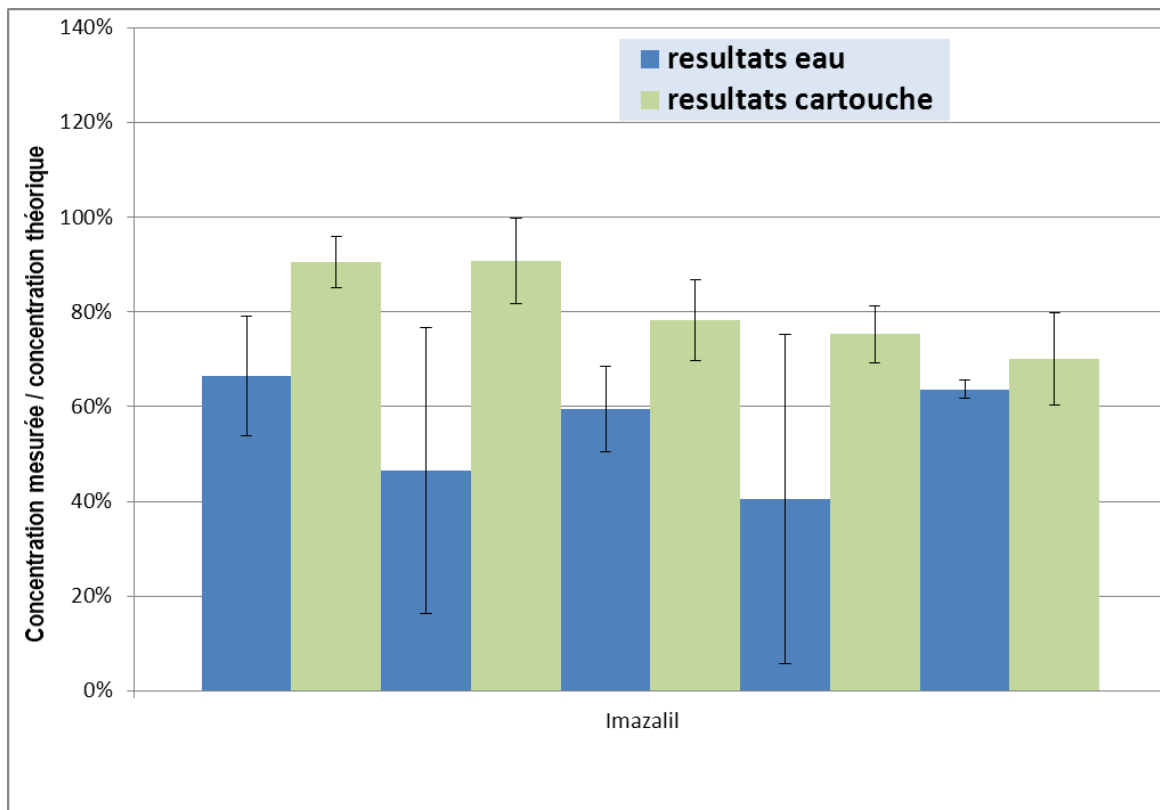
- **Une absence d'impact du mode de traitement de l'échantillon (stockage sous forme brute (eau dopée) ou extrait sur cartouche), quelle que soit la matrice**

Pour une seule molécule (imazalil) on note un comportement plus variable, présenté dans l'illustration 7.

La stabilité semble meilleure sur cartouche que sur les eaux (taux de 55% en moyenne pour les eaux contre 81% pour les cartouches), avec surtout une plus grande variabilité associée en terme de la répétabilité (respectivement 38% et 10%) liée à des

rendements inférieurs à 30% inexpliqués pour deux échantillons d'eau (une eau souterraine et une eau de surface).

Pour cette molécule, l'extraction sur site associée à une conservation sur cartouche apparaît donc comme profitable à la qualité de l'analyse. Ce comportement différent des autres composés n'est pas explicable par un log Kow particulier (3.85) ou une dégradabilité importante.



- Illustration 7 : spécificité de l'imazalil

Ces résultats sont donc très prometteurs, sur la liste de molécules étudiées. Néanmoins, ces molécules sont toutes classées comme relativement polaires (Log Kow aux alentours de 3 avec un max à 4.8) et extractibles sur phase solide. Ce travail ne peut donc pas être généralisé à tous les composés phytosanitaires.

4. FAISABILITE OPERATIONNELLE

4.1. EXPERIMENTATION SUR PLACE

Le matériel utilisé pour cette expérimentation était réduit à son strict minimum. Aucune préfiltration des échantillons n'a été envisagée (d'où l'abandon du point CANOPI trop chargé en MES) mais peut s'avérer nécessaire pour l'équipement réel d'une infrastructure adaptée. Les teneurs en MES des échantillons n'ont pas été mesurées mais ce problème n'est pas spécifique des extractions sur site et est actuellement considéré dans les laboratoires pour les analyses classiques.

Les standards internes ont été ajoutés grâce à l'utilisation d'une pipette électronique calibrée au laboratoire, ce qui a supprimé la nécessité d'une microbalance. Cette calibration sera à mettre en place si les laboratoires déportés ne sont pas équipés. Les solvants organiques restent nécessaires pour l'étape de conditionnement des cartouches. Il est donc nécessaire de disposer d'une hotte aspirante pour cette manipulation.

Tout laboratoire traitant des échantillons, même sur des paramètres simples (type physico-chimie) possède le type d'équipement requis (pompe à vide) pour ces applications, de même qu'un système de hotte aspirante pour la manipulation des solvants.

Le système manuel d'extraction utilisé (cuve d'extraction en verre) peut être amélioré par un système plus perfectionné permettant l'extraction automatisée de 6 à 32 échantillons.

Le cout global d'une telle installation doit être précisément calculé et sera très dépendant des infrastructures pré-existantes.

La mise en œuvre de cette étape d'extraction nécessite la formation d'un technicien supérieur, mais comme dit précédemment pour les infrastructures, tout laboratoire pratiquant des analyses physico-chimiques en routine possède ce type de compétence.

4.2. TRANSPORT ET CONSERVATION DES ECHANTILLONS

Le nombre de litre d'eau nécessaire pour chaque station (mesure en triplicat) est de 2 flacons de 1L, ce qui représente pour l'intégralité de la campagne (5 stations) 10 flacons de 1L.

Pour le transport de ces 10 flacons (avec système de calage et pack de réfrigération), deux glacières « grand format » sont nécessaires, pour un poids total dépassant les 25 kg.

L'illustration⁸ présente le container dans lequel sont stockées les 15 cartouches (correspondant à 5 stations en triplicats), en comparaison d'un flacon de 1L.

Le poids total (cartouches+ desséchant+ réfrigérants) du container est de 1.5 kg (illustration 9). Cette différence, compte-tenu du cout du transport depuis les DOM est très significative. Pour information, le transport aller-retour des glacières et des flaconnages a eu un coût d'environ 2000 euros.

De même, un des points soulevés par les entités ayant pris en charge l'organisation de la Campagne exceptionnelle en DOM (rapport Etude prospective 2012-2013, Opérations d'échantillonnage et d'analyses et premiers résultats relatifs aux eaux souterraines des DOM, Rapport d'étape) ont signalé qu'un de leur principale difficulté était le volume de stockage des nombreux échantillons d'eau dans des conditions adéquates (réfrigération). Dans le cas d'une extraction à proximité des stations de prélèvement, ce problème serait limité.



Illustration 8 : Comparaison flacon de prélèvement eau/ thermos de stockage de l'intégralité des cartouches



Illustration 9 : les cartouches + pack réfrigérant dans le thermos.

La conservation des échantillons à une température adéquate a été un point particulièrement contrôlé suite aux résultats obtenus en 2011 sur une expérimentation similaire (rapport AQUAREF BRGM/RP-60415-FR). Le nombre de pack congélation a été augmenté (5 par glacière). Le thermos contenant les cartouches, comporte un pack réfrigérant, et est lui-même stocké dans les grandes glacières.

L'illustration 10 montre les conditions de température entre la mise en glacière des échantillons et leur réception.

Malgré des délais assez longs (5 jours de transport), les échantillons n'ont jamais dépassé la température de 15°C.

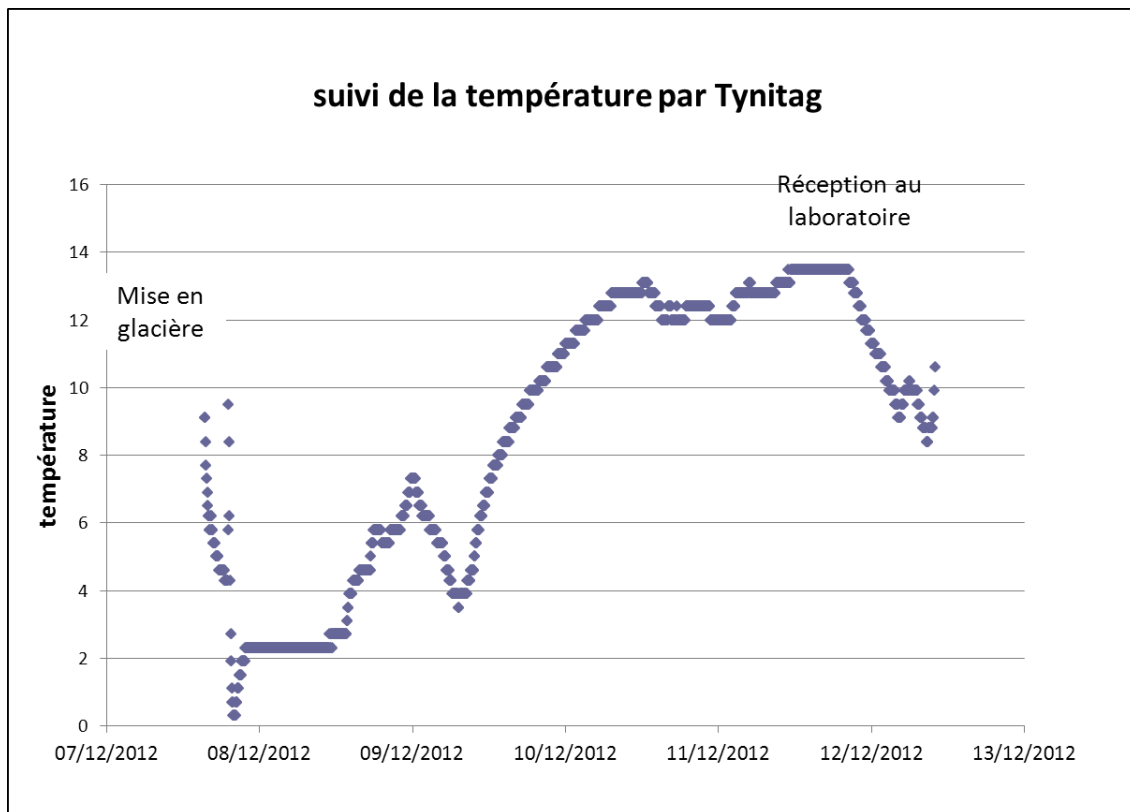


Illustration 10 : suivi de la température par Tynitag dans les glacières pendant le transport .

5. Conclusion

L'objectif de cet étude était de montrer la faisabilité opérationnelle et qualitative de séparer le lieu d'extraction du lieu d'analyses d'échantillons naturels d'eau.

Les résultats obtenus démontrent cette faisabilité aussi bien :

- **D'un point de vue qualitatif** : les résultats obtenus montrent que cette étape préalable découplée de l'analyse n'affecte pas la qualité des résultats obtenus : il n'y a pas (hormis pour l'imazalil) de différence significative entre les mesures effectuées intégralement au laboratoire et celle où l'extraction et l'analyse ont été découplées. La stabilité des molécules sur les supports a été validée sur une durée de 8 jours, sans que la qualité de la mesure ne s'en trouve affectée.
- **D'un point de vue opérationnel** : Le besoin en infrastructure et en matériel est limité.

- **D'un point de vue technique** : Les compétences nécessaires à cette étape de préparation des échantillons sont d'un niveau accessible à tout technicien de laboratoire.

Ces résultats sont donc très prometteurs, sur la liste de molécules étudiées. Néanmoins, ces molécules sont toutes classées comme relativement polaires (Log Kow aux alentours de 3 , avec un max à 4.8) et extractibles sur phase solide. Ce travail ne peut donc pas être généralisé à tous les composés phytosanitaires.

Il reste désormais nécessaire d'identifier des laboratoires dans les DOM qui pourraient mettre en œuvre ces étapes d'extraction. La discussion pour l'acceptation de cette approche « découplée » dans le cadre des analyses sous accréditation reste un point à développer.

Annexe 1

données physicochimiques des eaux souterraines utilisées pour l'essai

Nom de la station : Lac des Américains (Matoury) - 1197A50054/CAR1

Date et heure de prélèvement : 04/12/12 à 12h30

Paramètre	Code SANDRE	Unité	Code SANDRE	Mesure
pH	1302	-	264	6.095
Température	1301	°C	27	26
Redox	1311	mV H ⁺ /H ₂ O	175	190.9
Oxygène dissous	1330	mg/L de O ₂	202	Sonde HS

Niveau statique : 2.61 m

Nom de la station : Camopi 2 (Camopi) - 1215C20002/CR2

Date et heure de prélèvement : 03/12/12 à 9h45

Paramètre SANDRE	Code	Unité SANDRE	Code	Mesure
pH	1302	-	264	5.43
Température	1301	°C	27	26.3
Redox	1311	mV H ⁺ /H ₂ O	175	221
Oxygène dissous	1330	mg/L de O ₂	202	Sonde HS

Niveau statique : 4.33 m

Nom de la station : PNR-Office de Guyane

Paramètre SANDRE	Code	Unité SANDRE	Code	Mesure
pH	1302	-	264	6.51
Température	1301	°C	27	28.8
Redox	1311	mV H ⁺ /H ₂ O	175	205.8 mV
Oxygène dissous	1330	mg/L de O ₂	202	Sonde HS



Géosciences pour une Terre durable

brgm

Centre scientifique et technique

Direction des Laboratoires

3, avenue Claude-Guillemin

BP 36009 – 45060 Orléans Cedex 2 – France – Tél. : 02 38 64 34 34