



**HAL**  
open science

## Méthodes de référence existantes pour l'analyse des substances prioritaires dans les sédiments et le biote

S. Schiavone, Marina Coquery

► **To cite this version:**

S. Schiavone, Marina Coquery. Méthodes de référence existantes pour l'analyse des substances prioritaires dans les sédiments et le biote. [Rapport de recherche] irstea. 2009, pp.51. hal-02592249

**HAL Id: hal-02592249**

**<https://hal.inrae.fr/hal-02592249>**

Submitted on 15 May 2020

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



## **Convention de partenariat ONEMA-Cemagref 2008**

*Domaine : Substances Polluantes*

*Action : 13 - Développement et optimisation des méthodes physico-chimiques*

# Méthodes de référence existantes pour l'analyse des substances prioritaires dans les sédiments et le biote

Auteurs : S. Schiavone et M. Coquery

UR QELY : Laboratoire d'analyses physico-chimiques des  
milieux aquatiques

**Groupement de Lyon**  
3 bis quai Chauveau - CP 220  
69336 LYON cedex 09  
Tél. 04 72 20 87 87 - Fax 04 78 47 78 75

*avril 2009*



## Avant-propos

Ce rapport a été réalisé dans le cadre du programme d'activité AQUAREF pour l'année 2008 dans le cadre du partenariat ONEMA – Cemagref 2008, au titre de l'action 13 « Développement et optimisation des méthodes physico-chimiques » du domaine « Substances polluantes ».

## Remerciements

La réalisation de ce travail a bénéficié de la précieuse collaboration de plusieurs personnes, que nous remercions pour leur grande disponibilité :

- Didier Claisse, Jean-François Chiffoleau et Catherine Munsch de l'Ifremer.
- Marie-Pierre Strub de l'Ineris.
- Annie Roy et Ashley Tilghman du Cemagref.
- Les responsables des laboratoires d'analyses environnementales qui ont répondu à notre enquête.

**Référence à citer** : Schiavone S., Coquery M. (2009). Méthodes de référence existantes pour l'analyse des substances prioritaires dans les sédiments et le biote. Cemagref, 51 p.

## Résumé

Ce document recense les méthodes d'analyse normalisées ou reconnues existantes pour les 41 substances ou familles de substances prioritaires et autres substances polluantes (EC, 2008) dans les sédiments et le biote (ou organisme biologique). Les méthodes de préparation des échantillons et d'analyse des substances pour ces matrices sont présentées, ainsi que les limites de quantifications atteintes.

L'étude effectuée sur les sédiments montre que 27 substances peuvent être analysées en suivant une norme pour l'analyse des sédiments et 11 pourraient l'être en suivant une norme pour l'analyse des sols. Pour trois substances prioritaires - les chloroalcanes C10-C13, le nonylphénol et l'octylphénol – il n'existe pas de norme d'analyse. Les chloroalcanes C10-C13 doivent être suivis dans les sédiments et/ou le biote selon la directive fille (EC, 2008). S'il est décidé de surveiller les sédiments, la norme d'analyse des chloroalcanes C10-C13 devrait donc être développée en priorité.

Concernant le biote, 21 substances peuvent être analysées en suivant une méthode normalisée adaptée aux matrices biologiques et 9 substances le pourraient éventuellement en suivant celles adaptées à l'industrie alimentaire. En revanche, 11 substances ne sont citées dans aucune norme d'analyse dont 3 d'entre elles doivent être suivies dans le biote et/ou les sédiments (EC, 2008) : les chloroalcanes C10-C13, le DEHP et l'hexachlorobutadiène. S'il est décidé de surveiller le biote, les normes d'analyse de ces 3 substances prioritaires devraient donc être développées en priorité.

La directive fille (EC, 2008), fixe des normes de qualité environnementale (NQE) dans le biote pour 3 substances prioritaires : le mercure, l'hexachlorobenzène et l'hexachlorobutadiène. Le mercure et l'hexachlorobenzène peuvent être analysés en suivant les méthodes normalisées existantes et les limites de quantification sont inférieures à leurs NQE respectives. En revanche, aucune méthode normalisée n'existe pour l'analyse de l'hexachlorobutadiène et une étude bibliographique a donc été effectuée. Celle-ci montre que des méthodes analytiques publiées par des laboratoires de recherche permettent d'obtenir une limite de quantification inférieure à la NQE de ce composé dans le biote. Une méthode normalisée devrait être développée pour cette substance prioritaire. Les résultats d'une enquête réalisée auprès d'une sélection de laboratoires montrent que peu de laboratoires prestataires (2 à 5) semblent maîtriser les techniques d'analyse pour l'hexachlorobenzène et l'hexachlorobutadiène dans les sédiments et le biote.

**Mots-clés** : analyse chimique, biote, directive cadre eau, norme, norme de qualité environnementale, sédiments, substances prioritaires.

## Table des matières

1. Introduction.....	7
2. Les méthodes normalisées ou reconnues pour l'analyse des substances prioritaires dans les sédiments et le biote.....	7
2.1 Les sédiments.....	8
2.1.1 Présentation des données.....	8
2.1.2 Commentaires.....	9
2.2 Le biote.....	23
2.2.1 Présentation des données.....	23
2.2.2 Commentaires.....	23
3. Les molécules bioaccumulables : hexachlorobenzène, hexachlorobutadiène et mercure.....	39
3.1 Hexachlorobenzène et mercure.....	39
3.2 Hexachlorobutadiène.....	40
4. Conclusion.....	44
4.1. Les sédiments.....	44
4.2. Le biote.....	45
Bibliographie.....	46

### Liste des tableaux :

Tableau 1 : Méthodes normalisées ou reconnues pour l'analyse des substances prioritaires et autres substances polluantes de la DCE dans les sédiments.....	10
Tableau 2 : Méthodes normalisées ou reconnues pour l'analyse des substances prioritaires et autres substances polluantes de la DCE dans le biote.....	26
Tableau 3 : Revue bibliographique des méthodes d'analyse de l'hexachlorobutadiène dans le biote.....	42

### Liste des annexes :

Annexe 1 : Les substances à suivre dans les sédiments et/ou le biote selon la directive cadre eau (EC, 2008) ou la circulaire 2007 (MEDAD, 2007).....	48
Annexe 2 : Résultats de l'enquête auprès des laboratoires d'analyses environnementales au sujet de leurs pratiques d'analyse de l'hexachlorobenzène et l'hexachlorobutadiène dans les sédiments et le biote.....	49



## 1. Introduction

La directive cadre eau (DCE ; EC, 2000) et la directive européenne du 16 décembre 2008 (EC, 2008) définissent 33 substances prioritaires et 8 autres substances polluantes à surveiller dans les masses d'eau et fixent les normes de qualité environnementale (NQE) à respecter dans les eaux. Ces directives stipulent également que le contrôle des sédiments et du biote (ou organisme biologique) doit être régulièrement effectué pour les molécules bioaccumulables afin de donner une image réelle de l'état des masses d'eau et de suivre sur le long terme les concentrations des substances prioritaires.

Ce document a pour objectif de recenser et décrire les méthodes normalisées ou reconnues existantes pour l'analyse des 41 substances de la DCE dans les sédiments et le biote. Il constitue une photographie de ce qui existe aujourd'hui et permet aussi de mettre en évidence les normes d'analyse manquantes à développer et publier en priorité.

Pour 3 substances prioritaires, l'hexachlorobenzène, l'hexachlorobutadiène et le mercure, des NQE sont fixées dans le biote. Ces NQE seront comparées aux performances en matière de limite de quantification des méthodes d'analyse existantes (méthode normalisée ou, si elle n'existe pas, publication scientifique) pour ces 3 substances. Ainsi, il sera possible de mettre en évidence si des méthodes d'analyse normalisées plus performantes devront être développées et publiées.

## 2. Les méthodes normalisées ou reconnues pour l'analyse des substances prioritaires dans les sédiments et le biote

Dans cette partie, les normes ou méthodes de référence existantes pour l'analyse des 41 substances prioritaires ou autres substances polluantes (cf. EC, 2008) dans les sédiments et le biote ont été répertoriées et brièvement décrites.

Dans un premier temps, les informations du document intitulé « EAQC-WISE European Analytical Quality Control in support of the Water Framework Directive via the Water Information System for Europe » (Lepom et Duffek, 2005) ont été traduites.

Une recherche bibliographique a ensuite été effectuée afin d'actualiser ce document avec les normes les plus récentes, en se focalisant sur les normes françaises, européennes et/ou internationales (NF EN ISO). Les normes de l'Environmental Protection Agency<sup>1</sup> ou du

---

<sup>1</sup> <http://www.epa.gov/osa/fem/methcollectns.htm>



Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec<sup>2</sup> ont aussi été consultées lorsque l'équivalent français ou européen n'existait pas ou était trop ancien. Les fascicules de l'Ifremer de la série « Les méthodes d'analyse en milieu marin » ont aussi été pris en compte et intégrés dans la présente synthèse.

Les méthodes normalisées manquantes sont ensuite comparées aux exigences des textes réglementaires en matière de suivi des substances prioritaires dans les sédiments et/ou le biote (cf annexe 1) :

- Directive fille NQE 2008 (EC, 2008) : suivi tendanciel des concentrations dans les sédiments et/ou biote pour 14 des 41 substances prioritaires.
- Circulaire 2007 (MEDAD, 2007) : suivi tendanciel des concentrations dans les sédiments pour 26 des 41 substances prioritaires.

Les méthodes normalisées manquantes à développer et à publier en priorité seront ainsi mises en évidence. Le texte de référence choisi est la directive fille NQE (EC, 2008), mais la circulaire (MEDAD, 2007), antécédente à cette directive, sera aussi prise en compte car plus contraignante.

## 2.1 Les sédiments

### 2.1.1 Présentation des données

Le tableau 1 présente les méthodes normalisées ou les autres méthodes reconnues pour l'analyse des 41 substances chimiques de la DCE dans les sédiments. Les éléments suivants sont décrits :

- Le nom de la substance.
- La norme applicable ou autre méthode reconnue, si elle existe.
- La matrice d'analyse : ce sont en priorité les normes d'analyse dans les sédiments qui sont citées. Si celles-ci n'existent pas, ce sont alors les normes d'analyse dans les sols qui sont présentées dans le tableau 1.
- Le principe de la méthode :
  - Colonne « préparation » pour les étapes d'extraction ou de minéralisation (avec le cas échéant la norme correspondante).
  - Colonne « analyse » pour la technique analytique utilisée.
- Domaine d'application, limite de détection (LD) et limite de quantification (LQ) : en µg/kg de matière sèche.
- Observations : informations complémentaires utiles à l'analyse qui sont exposées dans les normes.

<sup>2</sup> <http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/index.htm>

### 2.1.2 Commentaires

Au final, sur les 41 substances ou familles de substances prioritaires et autres substances polluantes :

- 27 apparaissent dans des normes d'analyse spécifiques aux sédiments dont 13 d'entre elles doivent être surveillées dans les sédiments (EC, 2008). Dans le cas de la circulaire 2007 (MEDAD, 2007), ce sont 26 substances (toutes sauf la simazine) qui doivent être surveillées dans les sédiments.
- 11 apparaissent seulement dans des normes d'analyse spécifiques aux sols dont aucune ne doit être suivie dans les sédiments (EC, 2008).

Ces normes portant sur les analyses d'échantillons de sols ont été incluses dans le tableau 1 car les 2 matrices, sols et sédiments, sont proches. Cependant, toutes ces méthodes devront être testées au préalable sur des échantillons de sédiments afin de vérifier leur applicabilité.

- 3 substances ne sont décrites dans aucune norme : les chloroalcanes C10-C13, les nonylphénols et l'octylphénol. Seuls les chloroalcanes C10-C13 doivent être suivis dans les sédiments selon la directive fille (EU, 2008). En revanche, les 3 substances sont à surveiller dans les sédiments selon la circulaire 2007 (MEDAD, 2007).

S'il est décidé de surveiller les substances prioritaires dans les sédiments, alors une méthode d'analyse normalisée pour les chloroalcanes C10-C13 devrait être développée et publiée en priorité.

**Tableau 1 : Méthodes normalisées ou reconnues pour l'analyse des substances prioritaires et autres substances polluantes de la DCE dans les sédiments**

Substance prioritaire	Norme (ou méthode reconnue) analyse	Matrice	Principe		Domaine d'application proposé (µg/kg)	LD (µg/kg de matière sèche)	LQ (µg/kg de matière sèche)	Observations (LD et LQ sont en µg/kg de matière sèche sauf indication contraire)
			Préparation	Analyse				
<b>Alachlore</b>	NF ISO 11264 (Mars 2008)	Sols	Extraction liquide/liquide (l'extraction aux ultrasons, au micro-onde ou sous pression est possible, mais leur efficacité doit d'abord être prouvée).	HPLC/UV		0,01	0,03 *	Confirmation des résultats conseillée par détecteur UV à barrette de diodes, chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG-MS), chromatographie en phase gazeuse avec détecteur azote/phosphore (CPG-NPD) ou à émission atomique (CPG-AED) (certaines méthodes pouvant nécessiter une dérivation).
<b>Anthracène</b>	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/MS				LQ renseignée pour les eaux : 10 µg/L
	NF ISO 13877 (Avril 1999)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal ou par Soxhlet	HPLC/UV-FLD		30 en détection UV et 10 en FLD	100 en détection UV - 30 * en FLD	
	NF ISO 18287 (Août 2006)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal	GC/MS			10	
<b>Atrazine</b>	NF ISO 11264 (Mars 2008)	Sols	Extraction liquide/liquide (l'extraction aux ultrasons, au micro-onde ou sous pression est possible, mais leur efficacité doit d'abord être prouvée).	HPLC/UV		0,01	0,03 *	Confirmation des résultats conseillée par détecteur UV à barrette de diodes, chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG-MS), chromatographie en phase gazeuse avec détecteur azote/phosphore (CPG-NPD) ou à émission atomique (CPG-AED) (certaines méthodes pouvant nécessiter une dérivation).
<b>Benzène</b>	NF ISO 15009 (Fev 2003)	Sols	Extraction par agitation mécanique, Purge/Trap + désorption thermique	GC/FID			100	Confirmation des résultats conseillée soit en utilisant une colonne de polarité différente, soit en utilisant un détecteur de masse Essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas : LD trouvée égale à 20 µg/kg
	NF ISO 22155 (Jan 2006)	Sols	Espace de tête	GC/FID			200	La norme indique que d'autres détecteurs peuvent être appropriés comme le spectromètre de masse (SM), le détecteur à ionisation de flamme (FID), le détecteur à capture d'électrons (ECD), le détecteur à photo-ionisation (PID) ou le détecteur à conductivité électrolytique (ELCD). Si l'on utilise des détecteurs non spécifiques, tels que FID et ECD, la confirmation des résultats est conseillée
<b>Diphényléthers bromés</b>	ISO 22032 (Dec2006)	Sédiments, boues	Extraction par Soxhlet, purification par chromatographie sur colonne de gel de silice multicouche ou chromatographie par perméation de gel (GPC)	GC/EI-MS	0,05-25		0,05	
				GC/NCI-MS	0,005-2,5		0,005	
	EPA 1614 (Août 2007)	Sédiments, sols,...	Extraction par Soxhlet/Dean-Stark, purification sur colonne	GC/MS		0,002 à 0,004	0,005 à 0,01	Les LD et LQ varient selon les isomères

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations (LD et LQ sont en µg/kg de matière sèche sauf indication contraire)
Cadmium	NF EN ISO 15586 (Mai 2004)	Sédiments et eaux	Digestion à l'autoclave ou au micro-onde à l'acide nitrique ou à l'eau régale	GF-AAS				Dans les eaux, domaine d'application proposé 0,4 - 4 µg/L et LQ 0,1 µg/L
	NF EN ISO 17294-2 (Avril 2005)	Sédiments, boues et eaux	Non spécifiée	ICP/MS				Dans les eaux, domaine d'application proposé 0,1 - 1,0 µg/L et LQ 0,1 ou 0,5 µg/L selon l'isotope dosé
	Méthode Ifremer (2003)	Sédiments et MES marins	Minéralisation acide (acides nitrique, chlorhydrique et fluorhydrique) à chaud au bloc chauffant	GF/AAS		10	40	Le laboratoire utilise maintenant l'ICP/MS, technique multiéléments mais celle-ci ne fait pas l'objet d'un fascicule descriptif (voir normes NF EN ISO 17294-1 et 17294-2)
	NF ISO 22036 (Fev 2009)	Sols	Extraction par chauffage à reflux à l'eau régale (ISO 11466), agitateur rotatif avec une solution tamponnée de DTPA (ISO 14870), plaque chauffante à l'acide fluorhydrique et acide perchlorique (ISO 14869-1) ou par un dispositif de chauffage pouvant atteindre 1100°C (four chauffé par induction, four à moufle ou brûleur Mecker air-propane) par fusion alcaline (ISO 14869-2)	ICP/AES		10	30 *	La norme NF EN 13346 portant sur les boues propose différentes méthodes d'extraction à l'eau régale : à reflux, sous ébullition, au four à micro-ondes dans un réacteur fermé ou au four à micro-ondes dans un réacteur ouvert. Il est aussi spécifié qu'il est possible d'utiliser d'autres modes de chauffage pourvu qu'ils fassent preuve de performance équivalente.
	ISO 11047 (Mai 1998)	Sols	Minéralisation à l'eau régale	AAS - Flamme et four				Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme et atomisation électrothermique. <i>Norme non disponible au Cemagref</i>
		Sols et sédiments	NFX31-147 (Juil 1996) : calcination ou prétraitement à l'acide nitrique (si le pourcentage de COT est < 4% dans l'échantillon) puis minéralisation à l'acide fluorhydrique concentré en présence d'acide perchlorique sur plaque chauffante					
Tétrachlorure de carbone	NF ISO 15009 (Fev 2003)	Sols	Extraction par agitation mécanique, Purge/Trap + désorption thermique	GC/ECD			10	Confirmation des résultats conseillée soit en utilisant une colonne de polarité différente, soit en utilisant un détecteur de masse
	NF ISO 22155 (Jan 2006)	Sols	Espace de tête	GC/ECD			10-20	La norme indique que d'autres détecteurs peuvent être appropriés comme le spectromètre de masse (SM), le détecteur à ionisation de flamme (FID), le détecteur à capture d'électrons (ECD), le détecteur à photo-ionisation (PID) ou le détecteur à conductivité électrolytique (ELCD). Si l'on utilise des détecteurs non spécifiques, tels que FID et ECD, la confirmation des résultats est conseillée
Chloroalcanes C10-C13								

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations (LD et LQ sont en µg/kg de matière sèche sauf indication contraire)
Chlorfenvinphos	EPA 8270D (Jan 1998)	Sédiments, sols,...	Extraction par Soxhlet (EPA 3540 ou 3541), ultrasons (EPA 3550) ou fluide pressurisé (EPA 3545). Purification sur colonne (EPA 3620)	GC/MS				
	EPA 8141B (Nov 2000)	Solides	Extraction par Soxhlet (EPA 3540 et 3541), ultrasons (EPA 3550), micro-onde (EPA 3546) ou fluide pressurisé (EPA 3545). Purification par chromatographie de perméation sur gel (EPA 3630), colonne (EPA 3610 ou 3620) ou gel de silice (EPA 3630)	GC/FPD - NPD				
Chlorpyrifos (éthylchlorpyrifos)	EPA 1699 (Dec 2007)	Sédiments, sols,...	Extraction par Soxhlet (EPA 3540 ou 3541), purification par chromatographie de perméation sur gel (EPA 3630) ou colonne (EPA 3520)	HRGC/HR MS		0,002 à 0,0035	0,01	La LD varie selon les composés
<b>Pesticides cyclodiènes</b>								
Aldrine	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/ECD				LQ renseignée en masse absolue : 2 pg
	NF ISO 10382 (Mars 2003)	Sols	Extraction par agitateur mécanique, purification sur colonne	GC/ECD		0,1-4	0,3-12 *	Essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas sur des échantillons de sols et de sédiments. LD trouvée pour les sédiments : 500
Dieldrine	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/ECD				LQ renseignée en masse absolue : 2 pg
	NF ISO 10382 (Mars 2003)	Sols	Extraction par agitateur mécanique, purification sur colonne	GC/ECD		0,1-4	0,3-12 *	Essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas sur des échantillons de sols et de sédiments. LD trouvée pour les sédiments : 200
Endrine	EPA 1699 (Dec 2007)	Sédiments, sols,...	Extraction par Soxhlet (EPA 3540 ou 3541), purification par chromatographie de perméation sur gel (EPA 3630) ou colonne (EPA 3520)	HRGC/HR MS		0.0004	0.005	
	NF ISO 10382 (Mars 2003)	Sols	Extraction par agitateur mécanique, purification sur colonne	GC/ECD		0,1-4	0,3-12 *	Essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas sur des échantillons de sols et de sédiments. LD trouvée pour les sédiments : 300

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe	Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations (LD et LQ sont en µg/kg de matière sèche sauf indication contraire)
Isodrine	EPA 8270D (Jan 1998)	Sédiments, sols, eaux,...	Extraction par Soxhlet (EPA 3540 ou 3541), ultrasons (EPA 3550) ou fluide pressurisé (EPA 3545). Purification par chromatographie de perméation sur gel (EPA 3640) ou sur colonne (EPA 3620)	GC/MS			
	EPA 8081B (Nov 2000)	Sols	Extraction par Soxhlet (EPA 3540 et 3541), ultrasons (EPA 3550), micro-onde (EPA 3546), fluide pressurisé (EPA 3545) ou fluide super critique (EPA 3562). Purification par chromatographie de perméation sur gel (EPA 3630), colonne (EPA 3610 ou 3620) ou gel de silice (EPA 3630)	GC/ECD-ELCD			
DDT total	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/ECD			LQ renseignée en masse absolue : 2 pg
	NF ISO 10382 (Mars 2003)	Sols	Extraction par agitateur mécanique, purification sur colonne	GC/ECD	0,1-4 LD et LQ données pour chaque isomère	0,3-12 *	Essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas sur des échantillons de sols et de sédiments. LD trouvée pour les sédiments : 100 à 300 selon l'isomère
para-para-DDT	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/ECD			LQ renseignée en masse absolue : 2 pg
	NF ISO 10382 (Mars 2003)	Sols	Extraction par agitateur mécanique, purification sur colonne	GC/ECD	0,1-4	0,3-12 *	Essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas sur des échantillons de sols et de sédiments. LD trouvée pour les sédiments : 150 à 200
1,2-dichloroéthane	NF ISO 15009 (Fev 2003)	Sols	Extraction par agitation mécanique, Purge/Trap + désorption thermique	GC/ECD		10	Confirmation des résultats conseillée soit en utilisant une colonne de polarité différente, soit en utilisant un détecteur de masse Essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas : LD trouvée égale à 1100 avec détecteur ECD et 300 en FID
	NF ISO 22155 (Jan 2006)	Sols	Espace de tête	GC/ECD		10-20	La norme indique que d'autres détecteurs peuvent être appropriés comme le spectromètre de masse (SM), le détecteur à ionisation de flamme (FID), le détecteur à capture d'électrons (ECD), le détecteur à photo-ionisation (PID) ou le détecteur à conductivité électrolytique (ELCD). Si l'on utilise des détecteurs non spécifiques, tels que FID et ECD, la confirmation des résultats est conseillée
Dichlorométhane	NF ISO 15009 (Fev 2003)	Sols	Extraction par agitation mécanique, Purge/Trap + désorption thermique	GC/ECD		10	Confirmation des résultats conseillée soit en utilisant une colonne de polarité différente, soit en utilisant un détecteur de masse Essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas : LD trouvée égale à 200 avec détecteur ECD ou FID
	NF ISO 22155 (Jan 2006)	Sols	Espace de tête	GC/ECD		10-20	La norme indique que d'autres détecteurs peuvent être appropriés comme le spectromètre de masse (SM), le détecteur à ionisation de flamme (FID), le détecteur à capture d'électrons (ECD), le détecteur à photo-ionisation (PID) ou le détecteur à conductivité électrolytique (ELCD). Si l'on utilise des détecteurs non spécifiques, tels que FID et ECD, la confirmation des résultats est conseillée

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe	Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations (LD et LQ sont en µg/kg de matière sèche sauf indication contraire)	
Di(2-éthylhexyl)phthalate (DEHP)	EPA 8061A (Dec 1996)	Sédiments, sols,...	Extraction par Soxhlet (EPA 3540 ou 3541), ultrasons (EPA 3550) ou fluide pressurisé (EPA 3545). Purification par chromatographie de perméation sur gel (EPA 3640) ou SPE (ou colonne - EPA 3610 ou 3620)	GC/ECD			La LD est de 0,27 µg/L dans les eaux. Dans les sols et sédiments, cette valeur doit être multipliée par un facteur compris entre 670 (échantillons peu pollués) et 10000 (échantillons très pollués) - Cas avec extraction aux ultra-sons et purification par GPC.	
	EPA 8270D (Jan 1998)	Sédiments, sols,...	Extraction par Soxhlet (EPA 3540 ou 3541), ultrasons (EPA 3550) ou fluide pressurisé (EPA 3545). Purification par chromatographie de perméation sur gel (EPA 3640) ou SPE (ou colonne - EPA 3610 ou 3620)	GC/MS		660		
	MA.400-COSVc 1.0 (Juin 2003, révisé oct 2003)	Solides : sols, sédiments, boues,...	Extraction par bain à ultrasons	GC/MS		447	1491	
Diuron	NF ISO 11264 (Mars 2008)	Sols	Extraction liquide/liquide (l'extraction aux ultrasons, au micro-onde ou sous pression est possible, mais leur efficacité doit d'abord être prouvée).	HPLC/UV		0,01	0,03 *	Confirmation des résultats conseillée par détecteur UV à barrette de diodes, chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG-MS), chromatographie en phase gazeuse avec détecteur azote/phosphore (CPG-NPD) ou à émission atomique (CPG-AED) (certaines méthodes pouvant nécessiter une dérivation).
Endosulfan	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/ECD			LQ renseignée en masse absolue : 2 pg	
	NF ISO 10382 (Mars 2003)	Sols	Extraction par agitateur mécanique, purification sur colonne	GC/ECD		0,1-4	0,3-12 *	Essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas sur des échantillons de sols et de sédiments. LD trouvée pour les sédiments : 390
Fluoranthène	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/MS			LQ renseignée : 10 µg/L	
	NF ISO 13877 (Avril 1999)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal ou par Soxhlet	HPLC/UV-FLD		30 en détection UV et 10 en FLD	100 en détection UV et 30 * en FLD	
	NF ISO 18287 (Août 2006)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal	GC/MS			10	
Hexachlorobenzène	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/ECD			LQ renseignée en masse absolue : 2 pg	
	MA.400-CIbz 1.0 (Oct 2001 - révision Sept 2006)	Solides : sols, sédiments, boues,...	Extraction par bain à ultrasons, purification sur colonne	GC/MS		1,09	3,63	
	NF ISO 10382 (Mars 2003)	Sols	Extraction par agitateur mécanique, purification sur colonne	GC/ECD		0,1-4	0,3-12 *	Essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas sur des échantillons de sols et de sédiments. LD trouvée pour les sédiments : 500

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe	Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations (LD et LQ sont en µg/kg de matière sèche sauf indication contraire)
Hexachlorobutadiène	EPA 8270D (Jan 1998)	Sédiments, sols, eau,...	Extraction par Soxhlet (EPA 3540 ou 3541), ultrasons (EPA 3550) ou fluide pressurisé (EPA 3545). Purification par chromatographie de perméation sur gel (EPA 3640) ou sur colonne (EPA 3620)	GC/MS		660	Selon norme NF ISO 10382 Mars 2003 (extraction par agitateur mécanique, purification sur colonne - GC/ECD), essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas sur des échantillons de sols et de sédiments. LD trouvée : 700 pour les sédiments et 200 pour les sols
	MA.400-COSVc 1.0 (Juin 2003, révisé oct 2003)	Solides : sols, sédiments, boues,...	Extraction par bain à ultrasons	GC/MS	13	45	
Hexachlorocyclohexane	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/ECD			LQ renseignée en masse absolue : 2 pg
	NF ISO 10382 (Mars 2003)	Sols	Extraction par agitateur mécanique, purification sur colonne	GC/ECD	0,1-4	0,3-12 *	Essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas sur des échantillons de sols et de sédiments. LD trouvée pour les sédiments : 240
Isoproturon	NF ISO 11264 (Mars 2008)	Sols	Extraction liquide/liquide (l'extraction aux ultrasons, au micro-onde ou sous pression est possible, mais leur efficacité doit d'abord être prouvée).	HPLC/UV	0,01	0,03 *	Confirmation des résultats conseillée par détecteur UV à barrette de diodes, chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG-MS), chromatographie en phase gazeuse avec détecteur azote/phosphore (CPG-NPD) ou à émission atomique (CPG-AED) (certaines méthodes pouvant nécessiter une dérivation).



Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations (LD et LQ sont en µg/kg de matière sèche sauf indication contraire)
Plomb	NF EN ISO 15586 (Mai 2004)	Sédiments et eaux	Digestion à l'autoclave ou au micro-onde à l'acide nitrique ou à l'eau régale	GF/AAS				Dans les eaux, domaine d'application proposé 10 - 100 µg/L et LQ 1 µg/L
	NF EN ISO 17294-2 (Avril 2005)	Sédiments, boues et eaux	Non spécifiée	ICP/MS				Dans les eaux, domaine d'application proposé 0,1 - 1,0 µg/L et LQ 0,1 ou 0,2 µg/L selon l'isotope dosé
	Méthode Ifremer (2003)	Sédiments et MES marins	Minéralisation acide (acides nitrique, chlorhydrique et fluorhydrique) à chaud au bloc chauffant	GF/AAS		400	1300	Le laboratoire utilise maintenant l'ICP/MS, technique multiéléments mais celle-ci ne fait pas l'objet d'un fascicule descriptif (voir normes NF EN ISO 17294-1 et 17294-2)
	NF ISO 22036 (Fev 2009)	Sols	Extraction par chauffage à reflux à l'eau régale (ISO 11466), agitateur rotatif avec une solution tamponnée de DTPA (ISO 14870), plaque chauffante à l'acide fluorhydrique et acide perchlorique (ISO 14869-1) ou par un dispositif de chauffage pouvant atteindre 1100°C (four chauffé par induction, four à moufle ou brûleur Mecker air-propane) par fusion alcaline (ISO 14869-2)	ICP/AES		40	120 *	La norme NF EN 13346 portant sur les boues propose différentes méthodes d'extraction à l'eau régale : à reflux, sous ébullition, au four à micro-ondes dans un réacteur fermé ou au four à micro-ondes dans un réacteur ouvert. Il est aussi spécifié qu'il est possible d'utiliser d'autres modes de chauffage pourvu qu'ils fassent preuve de performance équivalente.
	ISO 11047 (Mai 1998)	Sols	Dosage dans les extraits de sol à l'eau régale	AAS - Flamme et four				Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme et atomisation électrothermique <i>Norme non disponible au Cemagref</i>
			Sols et sédiments	NFX31-147 (Juil 1996) : calcination ou prétraitement à l'acide nitrique (si le pourcentage de COT est < 4% dans l'échantillon) puis minéralisation à l'acide fluorhydrique concentré en présence d'acide perchlorique sur plaque chauffante				
Mercure	Méthode Ifremer (adaptée de EPA 7473 - Janv 1999)	Sédiments marins	Calcination	AAS		7	21 *	Méthode avec pré-concentration par amalgamation sur un piège de sable doré
	NF ISO 16772 (Sept 2004)	Sols	Digestion à l'eau régale - ISO 11466	CV/AAS			100	

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations (LD et LQ sont en µg/kg de matière sèche sauf indication contraire)
Naphthalène	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/MS				LQ renseignée pour les eaux : 10 µg/L
	NF ISO 13877 (Avril 1999)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal ou par Soxhlet	HPLC/UV-FLD		30 en détection UV et 10 en FLD	100 en détection UV et 30 * en FLD	
	NF ISO 15009 (Fev 2003)	Sols	Extraction par agitation mécanique, Purge/Trap + désorption thermique	GC/FID			100	Essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas : LD trouvée égale à 90 µg/kg
	NF ISO 18287 (Août 2006)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal	GC/MS			10	
	NF ISO 22155 (Jan 2006)	Sols	Espace de tête	GC/FID			20	La norme indique que d'autres détecteurs peuvent être appropriés comme le spectromètre de masse (SM), le détecteur à ionisation de flamme (FID), le détecteur à capture d'électrons (ECD), le détecteur à photo-ionisation (PID) ou le détecteur à conductivité électrolytique (ELCD). Si l'on utilise des détecteurs non spécifiques, tels que FID et ECD, la confirmation des résultats est conseillée

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations (LD et LQ sont en µg/kg de matière sèche sauf indication contraire)
Nickel	NF EN ISO 15586 (Mai 2004)	Sédiments et eaux	Digestion à l'autoclave ou au micro-onde à l'acide nitrique ou à l'eau régale	GF/AAS				Dans les eaux, domaine d'application proposé 7 - 70 µg/L et LQ 1 µg/L Calculs de LQ réalisés en interne par l'INERIS, basés sur une prise d'essai de 0,25 g et un volume de 50 mL en suivant la norme NFX 31-147 (dosage selon les techniques des normes qualité de l'eau) : LQ comprise entre 200 et 26000
	NF EN ISO 17294-2 (Avril 2005)	Sédiments, boues et eaux	Non spécifiée	ICP/MS				Dans les eaux, LQ proposée 1 ou 3 µg/L selon l'isotope dosé Calculs de LQ réalisés en interne par l'INERIS, basés sur une prise d'essai de 0,25 g et un volume de 50 mL en suivant la norme NFX 31-147 (dosage selon les techniques des normes qualité de l'eau) : LQ comprise entre 100 et 500
	Méthode Ifremer (2003)	Sédiments et MES marins	Minéralisation acide (acides nitrique, chlorhydrique et fluorhydrique) à chaud au bloc chauffant	GF/AAS		200	800	Le laboratoire utilise maintenant l'ICP/MS, technique multiéléments mais celle-ci ne fait pas l'objet d'un fascicule descriptif (voir normes NF EN ISO 17294-1 et 17294-2)
	NF ISO 22036 (Fev 2009)	Sols	Extraction par chauffage à reflux à l'eau régale (ISO 11466), agitateur rotatif avec une solution tamponnée de DTPA (ISO 14870), plaque chauffante à l'acide fluorhydrique et acide perchlorique (ISO 14869-1) ou par un dispositif de chauffage pouvant atteindre 1100°C (four chauffé par induction, four à moufle ou brûleur Mecker air-propane) par fusion alcaline (ISO 14869-2)	ICP/AES		15	70	La norme NF EN 13346 portant sur les boues propose différentes méthodes d'extraction à l'eau régale : à reflux, sous ébullition, au four à micro-ondes dans un réacteur fermé ou au four à micro-ondes dans un réacteur ouvert. Il est aussi spécifié qu'il est possible d'utiliser d'autres modes de chauffage pourvu qu'ils fassent preuve de performance équivalente. Calculs de LQ réalisés en interne par l'INERIS, basés sur une prise d'essai de 0,25 g et un volume de 50 mL en suivant la norme NFX 31-147 (dosage selon les techniques des normes qualité de l'eau) : LQ comprise entre 500 et 4000
	ISO 11047 (Mai 1998)	Sols	Dosage dans les extraits de sol à l'eau régale	AAS - Flamme et four	FAAS > 12 mg/kg ZAAS < 12 mg/kg			Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme et atomisation électrothermique <i>Norme non disponible au Cemagref</i>
			Sols et sédiments	NFX31-147 (Juil 1996) : calcination ou prétraitement à l'acide nitrique (si le pourcentage de COT est < 4% dans l'échantillon) puis minéralisation à l'acide fluorhydrique concentré en présence d'acide perchlorique sur plaque chauffante				
Nonylphénol (4-nonylphénol)								
Octylphénol (4-(1,1',3,3')-tétraméthylbutyl)-phénol)								

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe	Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations (LD et LQ sont en µg/kg de matière sèche sauf indication contraire)
Pentachlorobenzène	EPA 8270D (Jan 1998)	Sédiments, sols, eau,...	Extraction par Soxhlet (EPA 3540 ou 3541), ultrasons (EPA 3550) ou fluide pressurisé (EPA 3545). Purification par chromatographie de perméation sur gel (EPA 3640) ou sur colonne (EPA 3620)	GC/MS			Selon norme NF ISO 10382 Mars 2003 (extraction par agitateur mécanique, purification sur colonne - GC/ECD), essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas sur des échantillons de sols et de sédiments. LD trouvée : 500 pour les sédiments et 300 pour les sols
	MA.400-Clbz 1.0 (Oct 2001 - révision Sept 2006)	Solides : sols, sédiments, boues,...	Extraction par bain à ultrason, purification sur colonne	GC/MS	0,98	3,26	
Pentachlorophénol	NF ISO 14154 (Juil 2005)	Solides : sols, sédiments, boues,...	Extraction par ampoule à décanter	GC/ECD (après dérivation)		10-50	
<b>Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)</b>							
Benzo(a)pyrène	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/MS		10 µg/L	LQ renseignée pour les eaux : 10 µg/L
	NF ISO 18287 (Août 2006)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal	GC/MS		10	
	NF ISO 13877 (Avril 1999)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal ou par Soxhlet	HPLC/UV-FLD	30 en détection UV et 10 en FLD	100 en détection UV et 30 * en FLD	
Benzo(b)fluoranthène	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/MS		10 µg/L	LQ renseignée pour les eaux : 10 µg/L
	NF ISO 18287 (Août 2006)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal	GC/MS		10	
	NF ISO 13877 (Avril 1999)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal ou par Soxhlet	HPLC/UV-FLD	30 en détection UV et 10 en FLD	100 en détection UV et 30 * en FLD	
Benzo(k)fluoranthène	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/MS		10 µg/L	LQ renseignée pour les eaux : 10 µg/L
	NF ISO 18287 (Août 2006)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal	GC/MS		10	
	NF ISO 13877 (Avril 1999)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal ou par Soxhlet	HPLC/UV-FLD	30 en détection UV et 10 en FLD	100 en détection UV et 30 * en FLD	

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations (LD et LQ sont en µg/kg de matière sèche sauf indication contraire)
Benzo(g,h,i)pérylène	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/MS			10 µg/L	LQ renseignée pour les eaux : 10 µg/L
	NF ISO 18287 (Août 2006)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal	GC/MS			10	
	NF ISO 13877 (Avril 1999)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal ou par Soxhlet	HPLC/UV-FLD		30 en détection UV et 10 en FLD	100 en détection UV et 30 * en FLD	
Indéno(1,2,3-cd)pyrène	Méthode Ifremer (2005)	Sédiments marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification sur colonne	GC/MS			10 µg/L	LQ renseignée pour les eaux : 10 µg/L
	NF ISO 18287 (Août 2006)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal	GC/MS			10	
	NF ISO 13877 (Avril 1999)	Sols	Extraction par agitateur à mouvement horizontal ou par Soxhlet	HPLC/UV - FLD		30 en détection UV et 10 en FLD	100 en détection UV et 30 * en FLD	
Simazine	EPA 1699 (Dec 2007)	Sédiments, sols,...	Extraction par Soxhlet (EPA 3540 ou 3541), purification par chromatographie de perméation sur gel (EPA 3630) ou colonne (EPA 3520)	HRGC/HR MS		0.0014	0.01	
	NF ISO 11264 (Mars 2008)	Sols	Extraction liquide/liquide (l'extraction aux ultrasons, au micro-onde ou sous pression est possible, mais leur efficacité doit d'abord être prouvée).	HPLC/UV		0,01	0,03 *	Confirmation des résultats conseillée par détecteur UV à barrette de diodes, chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG-MS), chromatographie en phase gazeuse avec détecteur azote/phosphore (CPG-NPD) ou à émission atomique (CPG-AED) (certaines méthodes pouvant nécessiter une dérivation).
Tétrachloroéthylène	ISO 15009 (Oct 2002)	Sols	Extraction par agitation mécanique, Purge/Trap + désorption thermique	GC/ECD			10	Confirmation des résultats conseillée soit en utilisant une colonne de polarité différente, soit en utilisant un détecteur de masse
	NF ISO 22155 (Jan 2006)	Sols	Espace de tête	GC/ECD			10-20	La norme indique que d'autres détecteurs peuvent être appropriés comme le spectromètre de masse (SM), le détecteur à ionisation de flamme (FID), le détecteur à capture d'électrons (ECD), le détecteur à photo-ionisation (PID) ou le détecteur à conductivité électrolytique (ELCD). Si l'on utilise des détecteurs non spécifiques, tels que FID et ECD, la confirmation des résultats est conseillée

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations (LD et LQ sont en µg/kg de matière sèche sauf indication contraire)
Trichloroéthylène	NF ISO 15009 (Fev 2003)	Sols	Extraction par agitation mécanique, Purge/Trap + désorption thermique	GC/ECD			10	Confirmation des résultats conseillée soit en utilisant une colonne de polarité différente, soit en utilisant un détecteur de masse Essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas : LD trouvée égale à 10 avec un détecteur ECD et 200 avec un FID
	NF ISO 22155 (Jan 2006)	Sols	Espace de tête	GC/ECD			10-20	La norme indique que d'autres détecteurs peuvent être appropriés comme le spectromètre de masse (SM), le détecteur à ionisation de flamme (FID), le détecteur à capture d'électrons (ECD), le détecteur à photo-ionisation (PID) ou le détecteur à conductivité électrolytique (ELCD). Si l'on utilise des détecteurs non spécifiques, tels que FID et ECD, la confirmation des résultats est conseillée
Composés du tributylétain	PR NF ISO 23161 (Août 2005)	Solides : sols, sédiments, boues,...	Extraction basique au four, aux ultrasons ou à température ambiante, purification sur silice (au minimum) et dérivation	GC/MS - FPD - AES - AAS - AED - ICP-MS	4 - 360			En annexe, il est précisé que la méthode peut être utilisée pour d'autres solides, sédiments inclus.
Trichlorobenzènes (tous les isomères)	MA.400-CIbz 1.0 (Oct 2001 - révision Sept 2006)	Solides : sols, sédiments, boues,...	Extraction par bain à ultrasons, purification sur colonne	GC/MS		de 1,55 à 3,46 selon l'isomère	de 5,16 à 11,54 selon l'isomère	Selon norme NF ISO 10382 Mars 2003 (extraction par agitateur mécanique, purification sur colonne - GC/ECD), essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas sur des échantillons de sols et de sédiments. LD trouvée : 600 pour les sédiments et 1600 pour les sols
	EPA 9023 (Dec 1996)	Sols et rejets solides						
Trichlorométhane	NF ISO 15009 (Fev 2003)	Sols	Extraction par agitation mécanique, Purge/Trap + désorption thermique	GC/ECD			10	Confirmation des résultats conseillée soit en utilisant une colonne de polarité différente, soit en utilisant un détecteur de masse Essai interlaboratoire réalisé aux Pays-Bas : LD trouvée égale à 20 avec un détecteur ECD et 100 avec un FID
	NF ISO 22155 (Jan 2006)	Sols	Espace de tête	GC/ECD			10-20	La norme indique que d'autres détecteurs peuvent être appropriés comme le spectromètre de masse (SM), le détecteur à ionisation de flamme (FID), le détecteur à capture d'électrons (ECD), le détecteur à photo-ionisation (PID) ou le détecteur à conductivité électrolytique (ELCD). Si l'on utilise des détecteurs non spécifiques, tels que FID et ECD, la confirmation des résultats est conseillée

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe	Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations (LD et LQ sont en µg/kg de matière sèche sauf indication contraire)
Trifluraline	EPA 8270D (Jan 1998)	Sédiments, sols, eaux,...	Extraction par Soxhlet (EPA 3540 ou 3541), ultrasons (EPA 3550) ou fluide pressurisé (EPA 3545). Purification par chromatographie de perméation sur gel (EPA 3640) ou sur colonne (EPA 3620)	GC/MS			
	EPA 8091 (Dec 1996)	Sols	Extraction par Soxhlet (EPA 3540 ou 3541), par ultrasons (EPA 3550) ou par extraction accélérée par solvant (ASE - EPA 3545) - voir indications méthode 3500. Purification par chromatographie de perméation sur gel (EPA 3640) ou sur colonne (EPA 3620)	GC/ECD-NPD			Analyse de l'ordre du µg/kg dans les sols

\* Obtenue en multipliant par 3 la LD

## 2.2 Le biote

### 2.2.1 Présentation des données

Selon le même modèle que pour les sédiments, le tableau 2 liste les méthodes normalisées ou les autres méthodes reconnues pour l'analyse des substances prioritaires et autres substances polluantes de la DCE dans le biote avec les informations suivantes :

- Le nom de la substance.
- La norme applicable, si elle existe.
- La matrice d'analyse : poissons, mollusques, etc.
- Le principe de la méthode :
  - Colonne « préparation » pour les étapes d'extraction ou de minéralisation (avec le cas échéant la norme correspondante).
  - Colonne « analyse » pour la technique analytique utilisée.
- Domaine d'application, LD et LQ : en µg/kg de matière sèche.
- Observations : toute information complémentaire exposée dans les normes jugée pertinente.
- Applications : cette colonne donne le plus d'informations possibles sur l'applicabilité de la méthode selon les explications données dans les normes.

### 2.2.2 Commentaires

Sur les 41 substances ou familles de substances prioritaires et autres substances polluantes :

- 21 apparaissent dans des normes ou des méthodes de référence spécifiques pour l'analyse dans des matrices biologiques (tissus biologiques, organismes marins et poissons frais). 11 de ces substances prioritaires doivent être suivies dans le biote (et/ou les sédiments) selon la directive fille (EC, 2008).
- 9 apparaissent dans des normes spécifiques pour l'analyse d'échantillons provenant de l'industrie alimentaire (aliments d'origine végétale, aliments gras et corps gras d'origine animale ou végétale) :
  - Alachlore
  - Tétrachlorure de carbone
  - Chlorfenvinphos
  - Dichlorométhane
  - Diuron
  - Isoproturon
  - Tétrachloroéthylène
  - Trichloroéthylène
  - Trichlorométhane



Ces normes portant sur les analyses d'échantillons de l'industrie alimentaire ont été incluses dans le tableau 2 afin de donner le plus d'informations possibles car peu de normes existent pour l'analyse des polluants dans le biote. Toutes ces méthodes devront être testées au préalable sur les échantillons choisis afin de vérifier leur applicabilité à des échantillons biologiques.

La concentration du chlorfenvinphos ne doit pas augmenter dans les sédiments et le biote et doit être suivie dans les sédiments selon la circulaire 2007 (MEDAD, 2007). Cette molécule est hydrophobe et il peut être décidé de suivre sa concentration dans le biote également ; dans ce cas, une méthode d'analyse normalisée dans les organismes biologiques devra être développée. Pour mémoire, une méthode normalisée d'analyse du chlorfenvinphos dans les sédiments existe (cf. tableau 1).

- 11 substances n'apparaissent dans aucune norme :
  - Benzène
  - Chloroalcanes C10-C13
  - Isodrine
  - 1,2-dichloroéthane
  - Di(2-éthylhexyl)phthalate (DEHP)
  - Hexachlorobutadiène
  - Nonylphénol
  - Octylphénol
  - Pentachlorophénol
  - Trichlorobenzènes
  - Trifluraline

Parmi celles-ci, les chloroalcanes C10-C13, le di(2-éthylhexyl)phthalate (DEHP) et l'hexachlorobutadiène doivent être suivis dans le biote et/ou les sédiments selon la DCE (EC, 2008). Comme nous l'avons décrit précédemment, le DEHP et l'hexachlorobutadiène peuvent être analysés dans les sédiments en suivant les normes existantes (cf. tableau 1). S'il est décidé de suivre la concentration de ces 3 substances prioritaires dans le biote, des méthodes d'analyse normalisées devront être développées et publiées en priorité pour les chloroalcanes C10-C13, le DEHP et l'hexachlorobutadiène.

En revanche, si l'on suit la circulaire 2007 (MEDAD, 2007), parmi ces 11 substances prioritaires, l'isodrine, le nonylphénol, l'octylphénol, le pentachlorophénol, les isomères du trichlorobenzènes et la trifluraline (en plus des chloroalcanes C10-C13, le di(2-éthylhexyl)phthalate et l'hexachlorobutadiène mentionnés ci-dessus) doivent être suivis dans les sédiments. Comme nous l'avons décrit précédemment, il peut s'avérer utile de suivre la concentration de ces substances hydrophobes dans le biote également. S'il est décidé de suivre la concentration de ces 6 substances prioritaires dans le biote, des

méthodes d'analyse normalisées devront être développées. Pour mémoire, seuls le nonylphénol et l'octylphénol parmi ces 6 substances prioritaires ne peuvent pas être analysés dans les sédiments en suivant les normes existantes (cf. tableau 1).

Le chapitre 3 ci-après décrit plus spécifiquement le cas des 3 substances prioritaires réglementées quantitativement dans le biote (i.e., NQE biote définie) : le mercure, l'hexachlorobenzène et l'hexachlorobutadiène. L'hexachlorobutadiène est la seule substance parmi celles-ci à ne pas pouvoir être analysée en suivant une méthode d'analyse normalisée dans le biote.

Tableau 2 : Méthodes normalisées ou reconnues pour l'analyse des substances prioritaires et autres substances polluantes de la DCE dans le biote

Substance prioritaire	Norme (ou méthode reconnue) analyse	Matrice	Principe		Domaine d'application proposé (µg/kg)	LD (µg/kg de matière sèche)	LQ (µg/kg de matière sèche)	Observations (les LD et LQ sont citées en µg/kg de matière sèche sauf indication contraire)	Applications de la méthode aux différentes matrices
			Préparation	Analyse					
Alachlore	FD CEN/TR 15641 (Sept 2007)	Produits alimentaires		LC/MS/MS				Le document cité est un rapport technique qui donne la liste des paramètres de spectrométrie de masse utiles pour l'application de normes européennes relatives au dosage par LC/SM/SM des résidus de pesticides dans les produits alimentaires d'origine végétale. Il s'appliquera aux normes suivantes en cours d'élaboration : prEN 15637 «Aliments d'origine végétale — Détermination des résidus de pesticides par CL/SM/SM après extraction méthanolique et purification sur terre de diatomées» et prEN 15662 «Aliments d'origine végétale — Méthode polyvalente de détermination des résidus des pesticides par CG/SM et CL/SM(/SM) avec extraction/partition avec de l'acétonitrile et nettoyage par SPE dispersée — Méthode QuEChERS»	Après vérification, la norme citée pourra éventuellement être utilisée pour analyser des végétaux
Anthracène	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD				Domaine d'application proposé : 0,01 – 12 mg/L	Méthode appliquée sur les mollusques
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/MS		2,3	6,9 *		Méthode testée sur poissons et mollusques
	NF EN ISO 15753 (Nov 2006)	Corps gras d'origines animale et végétale		HPLC/Fluo				<i>Norme non disponible au Cemagref</i>	Application de la méthode inconnue sur les poissons, les crustacés et les végétaux

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations	Applications de la méthode
Atrazine	EPA 1699 (Déc 2007)	Tissus biologiques	Extraction par Soxhlet, élimination des lipides (sur colonne) et purification par GPC et SPE	HRGC/HRMS					Matrice utilisée pour illustrer la norme : poissons. Les huiles végétales et les tissus adipeux humains ont également été cités
	FD CEN/TR 15641 (Sept 2007)	Produits alimentaires		LC/MS/MS				Le document cité est un rapport technique qui donne la liste des paramètres de spectrométrie de masse utiles pour l'application de normes européennes relatives au dosage par LC/SM/SM des résidus de pesticides dans les produits alimentaires d'origine végétale. Il s'appliquera aux normes suivantes en cours d'élaboration : prEN 15637 «Aliments d'origine végétale — Détermination des résidus de pesticides par CL/SM/SM après extraction méthanolique et purification sur terre de diatomées» et prEN 15662 «Aliments d'origine végétale — Méthode polyvalente de détermination des résidus des pesticides par CG/SM et CL/SM(/SM) avec extraction/partition avec de l'acétonitrile et nettoyage par SPE dispersée — Méthode QuEChERS»	Après vérification, la norme citée pourra éventuellement être utilisée pour analyser des végétaux
Benzène									
Diphényléthers bromés	EPA 1614 (Août 2007)	Tissus biologiques	Extraction par Soxhlet, purification sur colonnes	HRGC/HRMS		0,002 à 0,004	0,005 à 0,01	Les LD et LQ varient selon les isomères	Matrice utilisée pour illustrer la norme : poissons. Les huiles végétales et les tissus adipeux humains ont également été cités
Cadmium	Ifremer (2003)	Organismes marins	Extraction acide (acide nitrique) dans un bloc chauffant ou au micro-onde	GF/AAS		20	80	Le laboratoire utilise maintenant l'ICP/MS, technique multiéléments mais celle-ci ne fait pas l'objet d'un fascicule descriptif	Testée sur poissons et mollusques
	EPA 200.11 (Avril 1991)	Poissons frais	Digestion acide (acide nitrique) au four	ICP/AES		20 (poids à l'état frais)	60 * (poids à l'état frais)		
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Digestion acide au bain chauffant puis au four	GFAA ou ICP/MS		3	9 *	La LD citée ne précise pas avec quelle méthode (GFAA ou ICP/MS) elle a été obtenue	Testée sur poissons et mollusques
	NF EN 14084 (Juil 2003)	Produits alimentaires	Digestion acide (acide nitrique et peroxyde d'hydrogène) au four à micro-onde	AAS (flamme ou four graphite)				LQ non précisée, à calculer par chaque laboratoire	Matrices citées : muscle de bovin, foie et miettes de poisson

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations	Applications de la méthode
Tétrachlorure de carbone	NF EN ISO 16035 (Déc 2005)	Corps gras d'origines animale et végétale	Espace de tête statique	GC	10-200			<i>Norme non disponible au Cemagref</i>	Application de la méthode inconnue sur les poissons, les crustacés et les végétaux
<b>Chloroalcanes C10-C13</b>									
Chlorfenvinphos	FD CEN/TR 15641 (Sept 2007)	Produits alimentaires		LC/MS/MS				Le document cité est un rapport technique qui donne la liste des paramètres de spectrométrie de masse utiles pour l'application de normes européennes relatives au dosage par LC/SM/SM des résidus de pesticides dans les produits alimentaires d'origine végétale. Il s'appliquera aux normes suivantes en cours d'élaboration : prEN 15637 «Aliments d'origine végétale — Détermination des résidus de pesticides par CL/SM/SM après extraction méthanolique et purification sur terre de diatomées» et prEN 15662 «Aliments d'origine végétale — Méthode polyvalente de détermination des résidus des pesticides par CG/SM et CL/SM(/SM) avec extraction/partition avec de l'acétonitrile et nettoyage par SPE dispersée — Méthode QuEChERS»	Après vérification, la norme citée pourra éventuellement être utilisée pour analyser des végétaux
	NF EN 1528-1,2,3,4 (Jan 1997)	Aliments gras		GC/ECD ou autre détecteur				LQ non précisée, à calculer par chaque laboratoire <i>Norme non disponible au Cemagref</i>	

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations	Applications de la méthode
Chlorpyrifos (-éthyl, -méthyl)	EPA 1699 (Déc 2007)	Tissus biologiques	Extraction par Soxhlet, élimination des lipides (sur colonne) et purification par GPC et SPE	HRGC/HRMS		0,002-0,0035 (poids à l'état frais)	0,01 (poids à l'état frais)	La LD varie selon l'espèce	Matrice utilisée pour illustrer la norme : poissons. Les huiles végétales et les tissus adipeux humains ont également été cités
	NF EN 1528-1,2,3,4 (Jan 1997)	Aliments gras		GC/ECD ou autre détecteur				LQ non précisée, à calculer par chaque laboratoire	
	FD CEN/TR 15641 (Sept 2007)	Produits alimentaires		LC/MS/MS				Le document cité est un rapport technique qui donne la liste des paramètres de spectrométrie de masse utiles pour l'application de normes européennes relatives au dosage par LC/SM/SM des résidus de pesticides dans les produits alimentaires d'origine végétale. Il s'appliquera aux normes suivantes en cours d'élaboration : prEN 15637 «Aliments d'origine végétale — Détermination des résidus de pesticides par CL/SM/SM après extraction méthanolique et purification sur terre de diatomées» et prEN 15662 «Aliments d'origine végétale — Méthode polyvalente de détermination des résidus des pesticides par CG/SM et CL/SM(/SM) avec extraction/partition avec de l'acétonitrile et nettoyage par SPE dispersée — Méthode QuEChERS»	Après vérification, la norme citée pourra éventuellement être utilisée pour analyser des végétaux
<b>Pesticides cyclodiènes</b>									
Aldrine	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD				Domaine d'application proposé : 2 – 250 pg	Méthode appliquée sur les mollusques
	EPA 1699 (Déc 2007)	Tissus biologiques	Extraction par Soxhlet, élimination des lipides (sur colonne) et purification par GPC et SPE	HRGC/HRMS		0,0006 (poids à l'état frais)	0,01 (poids à l'état frais)		Matrice utilisée pour illustrer la norme : poissons. Les huiles végétales et les tissus adipeux humains ont également été cités
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/ECD		0,41	1,23 *		Testée sur poissons et mollusques
	NF EN 1528-1,2,3,4 (Jan 1997)	Aliments gras		GC/ECD ou autre détecteur				LQ non précisée, à calculer par le laboratoire	
								<i>Norme non disponible au Cemagref</i>	

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations	Applications de la méthode
Dieldrine	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD				Domaine d'application proposé : 2 – 250 pg	Méthode appliquée sur les mollusques
	EPA 1699 (Déc 2007)	Tissus biologiques	Extraction par Soxhlet, élimination des lipides (sur colonne) et purification par GPC et SPE	HRGC/HRMS		0,0005 (poids à l'état frais)	0,005 (poids à l'état frais)		Matrice utilisée pour illustrer la norme : poissons. Les huiles végétales et les tissus adipeux humains ont également été cités
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/ECD		0,66	1,98 *		Testée sur poissons et mollusques
	NF EN 1528-1,2,3,4 (Jan 1997)	Aliments gras		GC/ECD ou autre détecteur				LQ non précisée, à calculer par le laboratoire	
Endrine	EPA 1699 (Déc 2007)	Tissus biologiques	Extraction par Soxhlet, élimination des lipides (sur colonne) et purification par GPC et SPE	HRGC/HRMS		0,0004 (poids à l'état frais)	0,005 (poids à l'état frais)		Matrice utilisée pour illustrer la norme : poissons. Les huiles végétales et les tissus adipeux humains ont également été cités
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/ECD		1	3 *		Testée sur poissons et mollusques
	NF EN 1528-1,2,3,4 (Jan 1997)	Aliments gras		GC/ECD ou autre détecteur				LQ non précisée, à calculer par le laboratoire	
Isodrine									

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe	Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations	Applications de la méthode
DDT total	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD			Domaine d'application proposé : 2 – 250 pg	Méthode appliquée sur les mollusques
	EPA 1699 (Déc 2007)	Tissus biologiques	Extraction par Soxhlet, élimination des lipides (sur colonne) et purification par GPC et SPE	HRGC/HRMS				Matrice utilisée pour illustrer la norme : poissons. Les huiles végétales et les tissus adipeux humains ont également été cités
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/ECD				Testée sur poissons et mollusques
	NF EN 1528-1,2,3,4 (Jan 1997)	Aliments gras		GC/ECD ou autre détecteur			LQ non précisée, à calculer par le laboratoire <i>Norme non disponible au Cemagref</i>	
para-para-DDT	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD			Domaine d'application proposé : 2 – 250 pg	Méthode appliquée sur les mollusques
	EPA 1699 (Déc 2007)	Tissus biologiques	Extraction par Soxhlet, élimination des lipides (sur colonne) et purification par GPC et SPE	HRGC/HRMS	0,0003 (poids à l'état frais)	0,005 (poids à l'état frais)		Matrice utilisée pour illustrer la norme : poissons. Les huiles végétales et les tissus adipeux humains ont également été cités
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/ECD	0,38	1,14 *		Testée sur poissons et mollusques
	NF EN 1528-1,2,3,4 (Jan 1997)	Aliments gras		GC/ECD ou autre détecteur			LQ non précisée, à calculer par le laboratoire <i>Norme non disponible au Cemagref</i>	
1,2-dichloroéthane								
Dichlorométhane	NF EN ISO 16035 (Déc 2005)	Corps gras d'origines animale et végétale	Espace de tête statique	GC	10-200		<i>Norme non disponible au Cemagref</i>	Application de la méthode inconnue sur les poissons, les crustacés et les végétaux
Di(2-éthylhexyl)phthalate (DEHP)								



Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations	Applications de la méthode
Diuron	FD CEN/TR 15641 (Sept 2007)	Produits alimentaires		LC/MS/MS				Le document cité est un rapport technique qui donne la liste des paramètres de spectrométrie de masse utiles pour l'application de normes européennes relatives au dosage par LC/SM/SM des résidus de pesticides dans les produits alimentaires d'origine végétale. Il s'appliquera aux normes suivantes en cours d'élaboration : prEN 15637 «Aliments d'origine végétale — Détermination des résidus de pesticides par CL/SM/SM après extraction méthanolique et purification sur terre de diatomées» et prEN 15662 «Aliments d'origine végétale — Méthode polyvalente de détermination des résidus des pesticides par CG/SM et CL/SM(/SM) avec extraction/partition avec de l'acétonitrile et nettoyage par SPE dispersée — Méthode QuEChERS»	Après vérification, la norme citée pourra éventuellement être utilisée pour analyser des végétaux
Endosulfan	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD				Domaine d'application proposé : 2 – 250 pg	Méthode appliquée sur les mollusques
	EPA 1699 (Déc 2007)	Tissus biologiques	Extraction par Soxhlet, élimination des lipides (sur colonne) et purification par GPC et SPE	HRGC/HRMS		0,011 (poids à l'état frais)	0,05 (poids à l'état frais)	La LD varie selon l'espèce	Matrice utilisée pour illustrer la norme : poissons. Les huiles végétales et les tissus adipeux humains ont également été cités
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/ECD		0,08	1,1 *		Testée sur poissons et mollusques
	NF EN 1528-1,2,3,4 (Jan 1997)	Aliments gras		GC/ECD ou autre détecteur				LQ non précisée, à calculer par chaque laboratoire	
Fluoranthène	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD				Domaine d'application proposé : 0,01 – 12 mg/L	Méthode appliquée sur les mollusques
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/MS		4,2	12,6 *		Testée sur poissons et mollusques
	NF EN ISO 15753 (Nov 2006)	Corps gras d'origines animale et végétale		HPLC/Fluo				Norme non disponible au Cemagref	Application de la méthode inconnue sur les poissons, les crustacés et les végétaux

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe	Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations	Applications de la méthode
Hexachlorobenzène	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD		0,04 (poids à l'état frais)	Domaine d'application proposé : 2 – 250 pg	Méthode appliquée sur les mollusques
	EPA 1699 (Déc 2007)	Tissus biologiques	Extraction par Soxhlet, élimination des lipides (sur colonne) et purification par GPC et SPE	HRGC/HRMS		0,0019 (poids à l'état frais)		Matrice utilisée pour illustrer la norme : poissons. Les huiles végétales et les tissus adipeux humains ont également été cités
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/ECD		0,4	1,2 *	Testée sur poissons et mollusques
	NF EN 1528-1,2,3,4 (Jan 1997)	Aliments gras		GC/ECD ou autre détecteur			LQ non précisée, à calculer par chaque laboratoire	
<i>Norme non disponible au Cemagref</i>								
Hexachlorobutadiène								
Hexachlorocyclohexane	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD			Domaine d'application proposé : 2 – 250 pg	Méthode appliquée sur les mollusques
	NF EN 1528-1,2,3,4 (Jan 1997)	Aliments gras		GC/ECD ou autre détecteur			LQ non précisée, à calculer par le laboratoire	
	<i>Norme non disponible au Cemagref</i>							
Isoproturon	FD CEN/TR 15641 (Sept 2007)	Produits alimentaires		LC/MS/MS			Le document cité est un rapport technique qui donne la liste des paramètres de spectrométrie de masse utiles pour l'application de normes européennes relatives au dosage par LC/SM/SM des résidus de pesticides dans les produits alimentaires d'origine végétale. Il s'appliquera aux normes suivantes en cours d'élaboration : prEN 15637 «Aliments d'origine végétale — Détermination des résidus de pesticides par CL/SM/SM après extraction méthanolique et purification sur terre de diatomées» et prEN 15662 «Aliments d'origine végétale — Méthode polyvalente de détermination des résidus des pesticides par CG/SM et CL/SM(/SM) avec extraction/partition avec de l'acétonitrile et nettoyage par SPE dispersée — Méthode QuEChERS»	Après vérification, la norme citée pourra éventuellement être utilisée pour analyser des végétaux

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations	Applications de la méthode
Plomb	Ifremer (2003)	Organismes marins	Extraction acide (acide nitrique) dans un bloc chauffant ou au micro-onde	GF/AAS		200	500	Le laboratoire utilise maintenant l'ICP/MS, technique multiéléments mais celle-ci ne fait pas l'objet d'un fascicule descriptif	Testée sur poissons et mollusques
	EPA 200.11 (Avril 1991)	Poisson frais	Digestion acide (acide nitrique) au four	ICP/AES		200 (poids à l'état frais)	600 * (poids à l'état frais)		
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Digestion acide au bain chauffant puis au four	GFAA ou ICP/MS		59	177 *	La LD citée ne précise pas avec quelle méthode (GFAA ou ICP/MS) elle a été obtenue	Testée sur poissons et mollusques
	NF EN 14084 (Juil 2003)	Produits alimentaires	Digestion acide (acide nitrique et peroxyde d'hydrogène) au four à micro-onde	AAS (flamme ou four graphite)				LQ non précisée, à calculer par le laboratoire	Matrices citées : muscle de bovin, foie et miettes de poisson
Mercure	Ifremer (2002) - adaptée de EPA 7473 (Janv 1999)	Organismes marins	Calcination	AAS		7	21 *	Méthode avec pré-concentration par amalgamation sur un piège de sable doré	Testée sur poissons et mollusques
	EPA 245.6 (Avril 1991)	Tissus biologiques	Digestion acide au bain chauffant	CV/AAS			200		Matrice citée : poissons
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Digestion acide au bain chauffant puis au four éventuellement	CV/AAS		12	36 *		Testée sur poissons et mollusques
	NF EN 13806 (Jan 2003)	Produits alimentaires	Digestion acide (acide nitrique) sous pression (incinération haute pression ou micro-onde) - EN 13805	CV/AAS			2 - 200		Matrices citées : foie de bœuf, poissons d'eau de mer, homard et truite
Naphthalène	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD				Domaine d'application proposé : 0,01 – 12 mg/L	Méthode appliquée sur les mollusques
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/MS		6,2	18,6 *		Testée sur poissons et mollusques
	NF EN ISO 15753 (Nov 2006)	Corps gras d'origines animale et végétale		HPLC/Fluo				<i>Norme non disponible au Cemagref</i>	Application de la méthode inconnue sur les poissons, les crustacés et les végétaux

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations	Applications de la méthode
Nickel	Ifremer (2003)	Organismes marins	Extraction acide (acide nitrique) dans un bloc chauffant ou au micro-onde	GF/AAS		90	300	Le laboratoire utilise maintenant l'ICP/MS, technique multiéléments mais celle-ci ne fait l'objet d'un fascicule descriptif	Testée sur poissons et mollusques
	EPA 200.11 (Avril 1991)	Poissons frais	Digestion acide (acide nitrique) au four	ICP/AES		80 (poids à l'état frais)	240 * (poids à l'état frais)		
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Digestion acide au bain chauffant puis au four	GFAA ou ICP/MS		140	420 *	La LD citée ne précise pas avec quelle méthode (GFAA ou ICP/MS) elle a été obtenue	Testée sur poissons et mollusques
<b>Nonylphénol (4-nonylphénol)</b>									
<b>Octylphénol (4-(1,1',3,3')-tétraméthylbutyl)-phénol)</b>									
Pentachlorobenzène	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD				Domaine d'application proposé : 2 – 250 pg	Méthode appliquée sur les mollusques
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/ECD		0,89	2,67 *		Testée sur poissons et mollusques
<b>Pentachlorophénol</b>									
<b>Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)</b>									
Benzo(a)pyrène	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD				Domaine d'application proposé : 0,01 – 12 mg/L	Méthode appliquée sur les mollusques
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/MS		4,7	14,1 *		Testée sur poissons et mollusques
	NF EN ISO 15753 (Nov 2006)	Corps gras d'origines animale et végétale		HPLC/Fluo				<i>Norme non disponible au Cemagref</i>	Application de la méthode inconnue sur les poissons, les crustacés et les végétaux

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations	Applications de la méthode
Benzo(b)fluoranthène	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD				Domaine d'application proposé : 0,01 – 12 mg/L	Méthode appliquée sur les mollusques
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/MS		4	12 *		Testée sur poissons et mollusques
	NF EN ISO 15753 (Nov 2006)	Corps gras d'origines animale et végétale		HPLC/Fluo				<i>Norme non disponible au Cemagref</i>	Application de la méthode inconnue sur les poissons, les crustacés et les végétaux
Benzo(k)fluoranthène	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD				Domaine d'application proposé : 0,01 – 12 mg/L	Méthode appliquée sur les mollusques
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/MS		4	12 *		Testée sur poissons et mollusques
	NF EN ISO 15753 (Nov 2006)	Corps gras d'origines animale et végétale		HPLC/Fluo				<i>Norme non disponible au Cemagref</i>	Application de la méthode inconnue sur les poissons, les crustacés et les végétaux
Benzo(g,h,i)pérylène	Méthode Ifremer (2005)	Organismes marins	Extraction accélérée par solvant (ASE), purification par GPC puis sur colonne (gel de silice et alumine)	GC/ECD				Domaine d'application proposé : 0,01 – 12 mg/L	Méthode appliquée sur les mollusques
	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/MS		3	9 *		Testée sur poissons et mollusques
	NF EN ISO 15753 (Nov 2006) (Pas d'accès à la norme)	Corps gras d'origines animale et végétale		HPLC/Fluo				<i>Norme non disponible au Cemagref</i>	Application de la méthode inconnue sur les poissons, les crustacés et les végétaux

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations	Applications de la méthode
Indeno(1,2,3-cd)pyrène	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine puis de perméation sur gel.	GC/MS		5,6	16,8 *		Testée sur poissons et mollusques
	NF EN ISO 15753 (Nov 2006) (Pas d'accès à la norme)	Corps gras d'origines animale et végétale		HPLC/Fluo				<i>Norme non disponible au Cemagref</i>	Application de la méthode inconnue sur les poissons, les crustacés et les végétaux
Simazine	EPA 1699 (Déc 2007)	Tissus biologiques	Extraction par Soxhlet, élimination des lipides (sur colonne) et purification par GPC et SPE	HRGC/HRMS		0,0014 (poids à l'état frais)	0,01 (poids à l'état frais)		Matrice utilisée pour illustrer la norme : poissons. Les huiles végétales et les tissus adipeux humains ont également été cités
	FD CEN/TR 15641 (Sept 2007)	Produits alimentaires		LC/MS/MS				Le document cité est un rapport technique qui donne la liste des paramètres de spectrométrie de masse utiles pour l'application de normes européennes relatives au dosage par LC/SM/SM des résidus de pesticides dans les produits alimentaires d'origine végétale. Il s'appliquera aux normes suivantes en cours d'élaboration : prEN 15637 «Aliments d'origine végétale — Détermination des résidus de pesticides par CL/SM/SM après extraction méthanolique et purification sur terre de diatomées» et prEN 15662 «Aliments d'origine végétale — Méthode polyvalente de détermination des résidus des pesticides par CG/SM et CL/SM(/SM) avec extraction/partition avec de l'acétonitrile et nettoyage par SPE dispersée — Méthode QuEChERS»	Après vérification, la norme citée pourra éventuellement être utilisée pour analyser des végétaux
Tétrachloroéthylène	NF EN ISO 16035 (Déc 2005)	Corps gras d'origines animale et végétale	Espace de tête statique	GC	10-200			<i>Norme non disponible au Cemagref</i>	Application de la méthode inconnue sur les poissons, les crustacés et les végétaux
Trichloroéthylène	NF EN ISO 16035 (Déc 2005)	Corps gras d'origines animale et végétale	Espace de tête statique	GC	10-200			<i>Norme non disponible au Cemagref</i>	Application de la méthode inconnue sur les poissons, les crustacés et les végétaux
Composés du tributylétain	NOAA-NST 130.31 (Mars 1998)**	Tissus biologiques	Extraction avec homogénéisation mécanique, dérivation et purification par chromatographie sur gel de silice et/ou d'alumine	GC/FPD		5,5 en µg/kg Sn	16,5 en µg/kg Sn		Testée sur poissons et mollusques

Substance prioritaire	Norme	Matrice	Principe		Domaine d'application (µg/kg)	LD (µg/kg p.s.)	LQ (µg/kg p.s.)	Observations	Applications de la méthode
Trichlorobenzènes (tous les isomères)									
Trichlorométhane	NF EN ISO 16035 (Déc 2005) (Pas d'accès à la norme)	Corps gras d'origines animale et végétale	Static headspace	GC	10-200				Application de la méthode inconnue sur les poissons, les crustacés et les végétaux
Trifluraline									

\* Obtenue en multipliant par 3 la LD

\*\* Tiré de : Sampling and Analytical Methods of the National Status and Trends Program Mussel Watch Project: 1993-1996 Update. NOAA Technical Memorandum NOS ORCA 130. March 1998. Silver Spring, MD. 233pp.

### 3. Les molécules bioaccumulables : hexachlorobenzène, hexachlorobutadiène et mercure

La directive européenne du 16 décembre 2008 (EC, 2008) précise les normes de qualité environnementale (NQE) pour ces trois composés dans les tissus des poissons ou mollusques ou crustacés ou autres organismes vivants présents dans la masse d'eau. Ces NQE sont les suivantes (poids à l'état frais) :

- 10 µg/kg pour l'hexachlorobenzène
- 55 µg/kg pour l'hexachlorobutadiène
- 20 µg/kg pour le mercure

Dans cette deuxième partie, une recherche de normes, de méthodes de référence ou de publications présentant des méthodes d'analyses de ces 3 substances bioaccumulables dans le biote a été effectuée. Les LQ citées dans les méthodes d'analyse sont ensuite comparées aux NQE fixées par la directive NQE 2008.

#### 3.1 Hexachlorobenzène et mercure

Comme nous l'avons établi dans le chapitre précédent (tableau 2), des normes existent pour l'analyse de l'hexachlorobenzène et du mercure dans le biote :

- Hexachlorobenzène : 4 normes ou méthodes de référence sont listées dans le tableau 2. La méthode de référence de l'Ifremer (Munsch *et al.*, 2005) est la plus pertinente à utiliser car elle utilise des méthodes de préparation et d'analyse récentes. Une LQ de l'ordre de 0,04 µg/kg (poids frais) est obtenue en routine par l'Ifremer pour une prise d'essai de 5 g sec. Cette valeur est très inférieure à la NQE. Cette méthode préconise une extraction par solvant accéléré (ASE) (au dichlorométhane) suivie d'une concentration de l'échantillon à l'évaporateur Syncore et enfin plusieurs purifications : par chromatographie de perméation de gel puis par chromatographie d'adsorption (sur colonne de silice et alumine). La méthode de l'EPA (EPA, 2007, « Pesticides dans les eaux, les sols, les sédiments les biosolides et les tissus par HRGC/HRMS ») est également applicable, cependant elle préconise l'utilisation du Soxhlet, avec comme solvant d'extraction le dichlorométhane (moins économe en solvant que l'ASE). La LQ citée est de 0,005 µg/kg (poids à l'état frais).



- **Mercur** : 4 méthodes sont présentées dans le tableau 2 ; la méthode de référence de l'Ifremer (Cossa *et al.*, 2002) est la plus récente et celle dont la LQ est la plus faible : 21 µg/kg en poids sec. En prenant l'exemple du poisson qui a un taux de 20% environ de matière sèche : une LQ de 4,2 µg/kg (poids à l'état frais) est obtenue. Cette LQ est inférieure à la NQE.

Après avoir lyophilisé et pesé l'échantillon, toute l'analyse selon la méthode de référence de l'Ifremer se fait de façon automatisée : l'échantillon est minéralisé par voie sèche (calcination) et pré-concentré par amalgamation sur un piège de sable doré. L'amalgame est ensuite dissocié (par chauffage) et le mercure total est dosé par spectrophotométrie d'absorption atomique. Cette méthode est adaptée de la norme EPA 7473 (EPA, 1999, « Mercure dans les solides et les solutions par décomposition thermique, amalgamation et spectrophotométrie d'absorption atomique »).

### 3.2 Hexachlorobutadiène

Pour l'hexachlorobutadiène, composé pour lequel aucune norme n'existe pour l'analyse dans le biote (voir tableau 2), une recherche bibliographique a été effectuée. Les résultats sont présentés dans le tableau 3 avec les informations suivantes détaillées :

- Titre, auteurs et année de parution de la publication.
- Echantillon : matrice analysée et prise d'essai.
- Préparation échantillon : détail de toutes les étapes nécessaires à la préparation de l'échantillon avant injection.
- Technique analytique : sigle de la méthode.
- Paramètres de validation : pour les 5 publications les plus pertinentes, les données concernant la validation (linéarité, rendements, incertitudes) ont été mentionnées.
- LQ en µg/kg par rapport au poids à l'état frais.

Les publications sont classées de la façon suivante :

- Les publications décrivant des analyses dans des matrices pertinentes (exemples : poissons, mollusques, invertébrés aquatiques) sont citées en premier. Ces articles sont classés par ordre chronologique.
- Les publications décrivant des analyses dans des matrices autre que les organismes aquatiques (exemples : sang, lait) sont décrites ensuite. Ces articles sont également classés par ordre chronologique.

Ces publications sont citées à titre informatif car peu de méthodes existent pour l'analyse de l'hexachlorobutadiène dans le biote (une seule publication récente). Elles devront être testées au préalable sur les échantillons choisis afin de vérifier leur applicabilité à des échantillons d'organismes aquatiques.

**Tableau 3 : Revue bibliographique des méthodes d'analyse de l'hexachlorobutadiène dans le biote**

Nom méthode / publication	Auteur	Année	Echantillon	Préparation échantillon	Technique analytique	Paramètres de validation	LQ (µg/kg - poids à l'état frais)
Determination of VOCs in yellow eel from various inland water bodies in Flanders (Belgium)	P. Roose, G. Van Thuyne, C. Belpaire, M. Raemaekers, U. A. T. Brinkman	2003	Anguilles - 40 g	Homogénéisation (mécanique) à 0°C, addition d'eau, homogénéisation au bain à ultrasons (20 min à 0°C), purge des composés volatils (par chauffage à 70°C et à l'aide d'hélium) vers un sorbant, désorption (chauffage à 250°C) vers un piège à -120°C puis chauffage rapide (200°C en 0,75 min)	GC-MS	Sans objet	0,4
Gas chromatographic determination of chlorobenzenes and other chlorinated hydrocarbons in environmental samples using fused silica capillary columns	BG Oliver, KD Nicol	1982	Poissons, sédiments - 15 g	Homogénéisation (avec Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ), extraction (Soxhlet, hexane:acétone 41:59), extraction (par H <sub>2</sub> O), concentration (évaporateur Snyder à 3 étages), élimination des graisses (extraction avec H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ), purification par chromatographie sur gel de silice	GC (colonne capillaire) - ECD	Rendements compris entre 82 et 90 %	non renseignée (à part celle de l'instrument : 0,15 µg/L*) mais valeur plus faible calculée : 0,47
Distribution of hexachlorobenzene and hexachlorobutadiene in water, soil and selected aquatic organisms along the lower Mississippi river, Louisiana.	A. L. Laska, C. K. Bartell, J. Laseter.	1976	Poissons, invertébrés aquatiques, eaux et sols	Homogénéisation (sodium de sulfate anhydre et acétone), filtration, extraction (hexane), évaporation (évaporateur rotatif), purification (Florisil - solvant d'éluion : hexane / éther 95/5 v/v), évaporation (évaporateur rotatif)	GC-ECD	Sans objet	non renseigné mais valeur plus faible calculée : 10,6 (LOQ=0,7 pour les sols)
Hexachlorobutadiene residues in aquatic fauna from surface water fed by the river Rhine.	R. W. Goldbach, H. van Genderen, P. Leeuwanch.	1976	Poissons (foie, ovaire, rein et reste du corps) et mollusques (corps entier) - 5 à 10 g	Homogénéisation (au mortier), séchage (sulfate de sodium anhydre), extraction (acétone), partition de phases (n-pentane), purification (Florisil/sulphate de sodium 2/1)	GC-MS	Rendements compris entre 80 et 92 %	non renseigné mais valeur plus faible calculée : 8
Determination of hexachloro-1,3-butadiene in spinach, eggs, fish and milk by electron capture gas-liquid chromatography.	M. D. Yurawecz, P. A. Dreifuss, L. R. Kamps	1976	Légumes feuillus, poissons, œufs et lait - 25 à 50 g	<i>Légumes</i> : voir 29.011e **, évaporation (évaporateur rotatif). <i>Poissons</i> : enlever arêtes, tête et viscères, homogénéisation, détermination de la teneur en lipides (29.012e **), extraction semblable aux légumes. <i>Oeufs</i> : enlever la coquille, homogénéisation, extraction semblable aux légumes. <i>Lait</i> : récupération de la phase lipidique (29.012c **) - extraction (éther d'éthyle / éther de pétrole), passage sur colonne de sulfate de sodium anhydre, concentration (évaporateur rotatif - éther de pétrole), extraction (acétonitrile). <i>Pour toutes les matrices</i> : purification avec Florisil (solvant d'éluion : éther de pétrole)	GLC-ECD	Linéarité vérifiée entre 0,1 et 0,8 ng Rendements compris entre 90 et 103 %	5 pour aliments non gras, 40 pour aliments gras
New organochlorine contaminants and metabolites in plasma and eggs of glaucous gulls (larus hyperboreus) from the Norwegian Arctic	J. Verreault, R. J. Letcher, D. C.G. Muir, S. Chu, W. A. Gebbink, G. W. Gabrielsen	2005	Plasma ou œuf - 2 à 3 g ou 1 unité	Plasma : détermination de la quantité de lipides (réaction sulfo-phosphovanilline), acidification, extraction L/L. Œufs : homogénéisation (sauf coquille), extraction (dichlorométhane / hexane), séparation des lipides (GPC), concentration de la phase organique, fractionnement en 4 parties (Florisil) selon solvant d'éluion, injection de 3 fractions en commun	GC-(ECNI)MS		0,21* (par rapport à la masse de lipides)
Quantitative gas chromatographic determination of hexachloro-1,3-butadiene in whole rat blood at part per trillion levels	P. E. Kastl et B. A. Hermann	1983	Sang total (rat) -100 mg	Extraction (hexane avec un standard interne), centrifugation, injection directe	GC-ECD		0,00546 µg/L *
Environmental contaminants in human fat : a comparison between accidental and nonaccidental causes of death.	J Mes, DJ Davies & D. Turton	1985	Tissu adipeux humain - 2g	Extraction (benzène / acétone 1/19 v/v), élimination des graisses (précipitation à basse température), séparation (Florisil - silice acide)	GLC-MS		non renseigné mais valeur plus faible calculée : 1

Nom méthode / publication	Auteur	Année	Echantillon	Préparation échantillon	Technique analytique	Paramètres de validation	LQ (µg/kg - poids à l'état frais)
Levels and trends of chlorinated hydrocarbon contaminants in the breast milk of Canadian women	J Mes, DJ Davies, D Turton, WF Sun	1985	Tissu adipeux et lait humains - 2 g	Extraction (benzène / acétone), filtration, concentration, redissolution (hexane), purification (Florisil-silice acide)	GC-ECD		3 *
Rückstandsanalytik von hexachlorobutadien in lebensmitteln und geflugelfutter.	D. Kotzias, J.P. Lay, W. Klein, F. Korte	1975	Lait, œufs, viande, alimentation pour bétail, pain, margarine - 50 à 100g	Première extraction propre à la nature de l'échantillon. Evaporation (évaporateur rotatif), chromatographie séparative (solvant d'extraction : kieselgel et n-hexane), purification (alumine)	GLC-MS		non renseigné mais valeur plus faible calculée : 2

\* Obtenue en multipliant par 3 la LD

\*\* Tiré de : Official methods of analysis (1975) 12th ed, AOAC, Washington, DC, Chapt. 29

La préparation des échantillons diffère selon les publications mais certaines étapes se retrouvent dans plusieurs d'entre elles :

- L'extraction : dans 6 articles (sur les 10) l'hexane et/ou l'acétone sont utilisés, seuls ou avec un autre solvant organique.
- L'élimination des graisses est effectuée sur 3 études.
- La purification : dans 6 publications le Florisil est cité.

La publication la plus récente (Roose *et al.*, 2003) ne suit pas le schéma extraction puis purification (contrairement à toutes les autres publications ) mais utilise un procédé de « purge and trap » applicable aux composés volatils sur l'échantillon brut (après homogénéisation mécanique).

L'analyse de l'hexachlorobutadiène dans le biote est réalisée, dans toutes les publications citées, par chromatographie gazeuse (GC). La détection est effectuée soit par capture d'électrons (ECD) soit par spectrométrie de masse (SM). Les LQ atteintes dans ces publications ne semblent pas montrer une différence de sensibilité entre les deux méthodes de détection:

- < 0,47 µg/kg (poids à l'état frais) pour l'ECD.
- 0,4 µg/kg (poids à l'état frais) pour la SM.

L'annexe 1 décrit 2 méthodes d'analyse de l'hexachlorobutadiène dans le biote utilisées par des laboratoires prestataires français :

- La première utilise une extraction au soxhlet, une purification puis une analyse par GC/MS.
- La deuxième une technique de « purge and trap » puis une analyse par GC/MS.

Ces 2 méthodes utilisées par des laboratoires prestataires sont donc en accord avec la recherche bibliographique présentée dans le tableau 3.

Toutes les publications listées permettent d'obtenir une LQ inférieure à la NQE de l'hexachlorobutadiène (55 µg/kg, poids frais).

## 4. Conclusion

### 4.1. Les sédiments

Pour 27 substances ou familles de substances, des normes existent pour l'analyse dans les sédiments. 11 autres substances apparaissent dans des normes d'analyse des sols qui, après vérification, pourraient être adaptées à l'analyse des sédiments. Trois substances prioritaires ne peuvent pas être analysées dans les sédiments en suivant une norme

analytique spécifique aux sédiments ou aux sols : les chloroalcanes C10-C13, le nonylphénol et l'octylphénol. Selon la directive européenne du 16 décembre 2008 (EC, 2008), les chloroalcanes C10-C13 doivent être surveillés dans les sédiments (et/ou biote). Selon la circulaire de 2007 (MEDAD, 2007) ce sont les 3 substances qui sont à surveiller dans cette matrice. Selon le texte réglementaire considéré, il s'agit donc d'une méthode d'analyse normalisée ou de 3 méthodes à développer et publier.

## 4.2. Le biote

Cette étude montre que peu de normes existent pour l'analyse des substances prioritaires ou autres substances polluantes dans les organismes biologiques : 21 substances peuvent être analysées en suivant une norme ou une méthode de référence spécifique aux organismes biologiques. Pour les 20 autres substances, soit une méthode propre à l'industrie alimentaire pourrait être éventuellement adaptée (cas pour 9 substances), soit aucune norme n'existe (cas pour 11 substances).

Dans ces 11 substances, 3 sont à surveiller dans le biote (et/ou les sédiments) selon la directive fille (EC, 2008) : les chloroalcanes C10-C13, le DEHP et l'hexachlorobutadiène. Seuls les chloroalcanes ne peuvent être analysés dans les sédiments en suivant une méthode normalisée. Une méthode dans le biote devrait être développée pour les chloroalcanes C10-C13 si cette matrice est choisie pour le suivi tendanciel.

Le mercure, l'hexachlorobenzène et l'hexachlorobutadiène sont les 3 substances prioritaires pour lesquelles des NQE dans le biote sont fixées (EC, 2008). Les normes ou méthodes de référence d'analyse existantes pour le mercure et l'hexachlorobenzène permettent d'atteindre dans les 2 cas une LQ inférieure aux NQE fixées. Dans le cas de l'hexachlorobutadiène, où aucune méthode normalisée n'existe, plusieurs méthodes d'analyse ont été publiées dans la littérature scientifique. Ces méthodes permettent d'atteindre la NQE. L'analyse de l'hexachlorobutadiène est réalisée par technique de « purge and trap » ou en suivant une étape de préparation d'échantillon plus classique (extraction puis purification), suivie d'un dosage par GC-ECD ou MS. Une norme d'analyse de l'hexachlorobutadiène dans le biote devrait être cependant développée. Les réponses obtenues suite à une enquête réalisée auprès d'une sélection de laboratoires d'analyses français montrent que 2 laboratoires pratiquent en routine l'analyse de cette substance dans le biote. Cependant, seuls 5 laboratoires sur 16 interrogés ont répondu.

## Bibliographie

Chiffolleau J.-F., Auger D., Boutier B., Rozuel E. et Truquet I. Dosage de certains métaux dans les sédiments et la matière en suspension par absorption atomique. Ed Ifremer, 2003, 45 p.

Chiffolleau J.-F., Auger D., Chartier E. et Grouhel A. Dosage de certains métaux traces (Ag, Cd, Cu, Cr, Ni, Pb, V et Zn) dans les organismes marins par absorption atomique. Ed Ifremer, 2003, 36 p.

Cossa D., Coquery M., Nakhlé K. et Claisse D. Dosage du mercure total et du monométhylmercure dans les organismes et les sédiments marins. Ed Ifremer, 2002, 27 p.

E.C., directive 2008/105/CE du Parlement Européen et du Conseil du 16 décembre 2008 établissant des normes de qualité environnementale dans le domaine de l'eau, modifiant et abrogeant les directives du Conseil 82/176/CEE, 85/513/CEE, 84/156/CEE, 84/491/CEE, 86/280/CEE et modifiant la directive 2000/60/CE. /JO L 348 du 24.12.2008, 2008, /84-97.

EPA - Method 1699, Pesticides in water, soil, sediment, biosolids and tissue by HRGC/HRMS, 2007, 96 p.

EPA – Method 7473, Mercury in solids and solutions by thermal decomposition, amalgamation, and atomic absorption spectrophotometry, 1999, 15 p.

Goldbach R. W., Van Genderen H., Leeuwanch P. Hexachlorobutadiene residues in aquatic fauna from surface water fed by the river Rhine. *Sci. Total Environ.*, 1975, **6**, 31-40.

Kastl P.E., Hermann B.A. Quantitative gas chromatographic determination of hexachloro-1,3-butadiene in whole rat blood at part per trillion levels. *Journal chrom.*, 1983, **2**, 390-393.

Kotzias D., Lay J.P., Klein W., Korte F. Rückstandsanalytik von hexachlorobutadien in lebensmitteln und geflügelfutter. *Chemosphere*, 1975, **4**, 247-250.

Laska A.L., Bartell C.K., Laseter J. Distribution of hexachlorobenzene and hexachlorobutadiene in water, soil and selected aquatic organisms along the lower Mississippi river, Louisiana. *Bull. Environ. Contam. Toxicol.*, 1976, **5**, 535-542.

Lepom P., Duffek A. EAQC-WISE (European Analytical Quality Control in support of the Water Framework Directive via the Water Information System for Europe) : D16 Report on

existing AQC tools and validated methods - D19 Gaps Analysis for Validated Methods, 2005, 11 p.

MEDAD. Circulaire du 7 mai 2007 définissant les « normes de qualité environnementale provisoires (NQE<sub>p</sub>) » des 41 substances impliquées dans l'évaluation de l'état chimique des masses d'eau ainsi que des substances pertinentes du programme national de réduction des substances dangereuses dans l'eau. MEDAD 2007/15, 2007, 13 p.

Mes J, Davies DJ, & Turton Environmental contaminants in human fat : a comparison between accidental and nonaccidental causes of death. *Ecotoxicol. and Environ. Saf.*, 1985, 10, 70-74.

Mes J, Davies DJ, Turton D, Sun WF Levels and trends of chlorinated hydrocarbon contaminants in the breast milk of Canadian women, *Food additives and contaminants*, 1986, vol. 3, 4, 313-322.

Munschy C., Tronczyński J., Héas-Moisan K., Guiot N. et Truquet I. Analyse de contaminants organiques (PCB, OCP, HAP) dans les organismes marins. Ed Ifremer, 2005, 44 p.

Oliver B.G., Nicol K.D. Gas chromatographic determination of chlorobenzenes and other chlorinated hydrocarbons in environmental samples using fused silica capillary columns. *Chromatographia*, 1982, 16, 336-340.

Roose P., Van Thuyne G., Belpaire C., Raemaekers M., Brinkman U.A.T. Determination of VOCs in yellow eel from various inland water bodies in Flanders (Belgium). *J. Environ. Monit.*, 2003, 5, 876-884.

Tronczyński J., Munschy C., Héas-Moisan K., Guiot N. et Truquet I. Analyse de contaminants organiques (PCB, OCP, HAP) dans les sédiments marins. Ed Ifremer, 2005, 43 p.

Verreault J., Letcher R.J., Muir D.C.G., Chu S., Gebbink W.A., Gabrielsen G.W. New organochlorine contaminants and metabolites in plasma and eggs of glaucous gulls (*Iarus hyperboreus*) from the Norwegian Arctic. *Environ. Toxicol. Chem.*, 2005, vol. 24, 10, 2486-2499.

Yurawecz M.D, Dreifuss P.A., Kamps L.R. Determination of hexachloro-1,3-butadiene in spinach, eggs, fish and milk by electron capture gas-liquid chromatography. *Journal of the AOAC*, 1976, vol. 59, 3, 552-558



**Annexe 1 : Les substances à suivre dans les sédiments et/ou le biote selon la fille NQE (EC, 2008) ou la circulaire 2007 (MEDAD, 2007)**

N°	Substance prioritaire ou polluante	Suivi dans la DCE 2008 dans les sédiments et/ou le biote	Suivi dans la circulaire 2007 dans les sédiments
(1)	Alachlore		
(2)	Anthracène	X	X
(3)	Atrazine		
(4)	Benzène		
(5)	Diphényléthers bromés	X	X
(6)	Cadmium	X	X
(6 bis)	Tétrachlorure de carbone		
(7)	Chloroalcanes C10-C13	X	X
(8)	Chlorfenvinphos		X
(9)	Chlorpyrifos (éthylchlorpyrifos)		X
(9bis)	Pesticides cyclodiènes Aldrine Dieldrine Endrine Isodrine		X
(9 ter)	DDT total para-para-DDT		X
(10)	1,2-dichloroéthane		
(11)	Dichlorométhane		
(12)	Di(2-éthylhexyl)phthalate (DEHP)	X	X
(13)	Diuron		
(14)	Endosulfan		X
(15)	Fluoranthène	X	X
(16)	Hexachlorobenzène	X	X
(17)	Hexachlorobutadiène	X	X
(18)	Hexachlorocyclohexane	X	X
(19)	Isoproturon		
(20)	Plomb	X	X
(21)	Mercure	X	X
(22)	Naphthalène		X
(23)	Nickel		X
(24)	Nonylphénol		X
(25)	Octylphénol		X
(26)	Pentachlorobenzène	X	X
(27)	Pentachlorophénol		X
(28)	Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) Benzo(a)pyrène Benzo(b)fluoranthène Benzo(k)fluoranthène Benzo(g,h,i)pérylène Indéno(1,2,3-cd)pyrène	X	X
(29)	Simazine		
(29 bis)	Tétrachloroéthylène		
(29 ter)	Trichloroéthylène		
(30)	Composés du tributylétain	X	X
(31)	Trichlorobenzènes (tous les isomères)		X
(32)	Trichlorométhane		
(33)	Trifluraline		X

## **Annexe 2 : Résultats de l'enquête auprès des laboratoires d'analyses environnementales au sujet de leurs pratiques d'analyse de l'hexachlorobenzène et l'hexachlorobutadiène dans les sédiments et le biote**

Afin de connaître les pratiques des laboratoires pour l'analyse de l'hexachlorobenzène et de l'hexachlorobutadiène dans les sédiments et le biote, nous avons demandé à des laboratoires prestataires d'analyse français de décrire les méthodes qu'ils utilisent.

Nous avons interrogé 16 laboratoires de recherche et prestataires et obtenu 5 réponses de laboratoires prestataires :

- 2 laboratoires analysant les 2 substances dans les sédiments et le biote.
- 2 laboratoires analysant les 2 substances dans les sédiments seulement (les analyses dans le biote ne sont pas réalisées pour ces 2 substances).
- 1 laboratoire n'ayant renseigné que les champs relatifs à l'analyse dans les sédiments (les analyses dans le biote sont cependant réalisées dans un autre service).

Ces réponses sont synthétisées dans le tableau présenté ci-après.

Les réponses étant anonymes, les noms des laboratoires ne sont pas cités. Un numéro leur est attribué pour pouvoir comparer le plus clairement possible les méthodes.

Résultats de l'enquête auprès des laboratoires d'analyses environnementales au sujet de leurs pratiques d'analyse de l'hexachlorobenzène et l'hexachlorobutadiène dans les sédiments et le biote

SEDIMENTS

	Principe méthode (extraction + analyse)	Référence, source de la méthode	Prise d'essai (g)	LQ (µg/kg) - Matière sèche	Etat d'avancement de la méthode	Laboratoire
Hexachlorobenzène	Extraction ASE (100% dichlorométhane), purification Florisil (hexane/acétone), GC-MS sur colonne HP-5MS		10	10	En développement	1
	Extraction ASE, purification Florisil et H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , GC/ECD	XP X33-012	5	1	Routine accréditée	2
	Extraction ASE (acétone/hexane), GC/MS/MS	XP X33-012	10	200*	Validée	3
	Extraction en 2 temps (acétone puis pentane), GC/MS (MS basse résolution et technique FULLSCAN)	OVAM Déchets Compendium 3/I : Moderate volatile hydrocarbons; 2000. Internal report Tauw Laboratories Validation report Multiple Parameter Analyses in waste water influent aquatic sediment and soil samples; 1999.	50	1	En routine. Composés accrédités EN-ISO/IEC 17025	4
	Extraction ASE (à chaud sous pression), GC/MS	XP X33-012	10	4*	Routine	5
Hexachlorobutadiène	Extraction ASE (100% dichlorométhane), purification Florisil (hexane/acétone), GC/MS sur colonne HP-5MS		10	10	En développement	1
	Extraction ASE, purification Florisil et H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , GC/ECD	XP X33-012	5	50	En développement	2
	Extraction sols dans méthanol puis SPME/GC/MS	NF EN ISO 10301	25	200*	Validée	3
	Extraction en 2 temps (acétone puis pentane), GC/MS (MS basse résolution et technique FULLSCAN)	OVAM Déchets Compendium 3/I : Moderate volatile hydrocarbons; 2000. Internal report Tauw Laboratories Validation report Multiple Parameter Analyses in waste water influent aquatic sediment and soil samples; 1999.	50	1	En routine mais non standard - non accrédité EN-ISO/IEC 17025	4
	Extraction ASE (à chaud sous pression), GC/MS	XP X33-012	10	4*	Routine	5

## BIOTE

	Matrice et fraction analysée	Principe méthode (extraction + analyse)	Référence, source de la méthode	Prise d'essai (g)	LQ (µg/kg) - Poids à l'état frais	Etat d'avancement de la méthode	Laboratoire
Hexachlorobenzène	Poisson : muscle	Soxhlet, Purification gel biobeads, GCMS	Méthode interne/ étude CIPR	10 (variable selon teneur en graisse du poisson)	Dépend de la teneur en graisse du poisson : de 1 à 50	Routine	5
	Poisson, moules, huîtres	Extraction ASE, Purification Florisil et H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , GC/ECD ou MS	Mod op. interne / IFREMER / QUASIMEME / BCR	5	0,1	Routine pour l'IFREMER et EIL QUASIMEME	2
Hexachlorobutadiène	Poisson : muscle	Soxhlet, Purification gel biobeads, GC/MS	Méthode interne / CIPR	10 (variable selon teneur en graisse du poisson)	1 à 50 (variable selon teneur en graisse du poisson)	Routine	5
	Poisson, moules, huîtres	Purge and trap sur brut, GC/MS avec étalon interne	Roose and Brinkman** / IFREMER	20	10		2

\* LQ obtenue en multipliant par 2 (hypothèse : 50% d'humidité) la valeur renseignée par le laboratoire en µg/kg poids frais.

\*\* Roose P and Brinkman U A Improved determination of VOCs in marine biota using on line purge and trap gas-chromatography-mass spectrometry The Analyst 123,2167-2173,1998.  
Roose P and Brinkman U A Determination of volatil organic compounds in marine biota Journal of Chromatography A, 799, 233-248, 1998.

NB : XP X33-012 (2000) Caractérisation des boues - Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et des polychlorobiphényles (PCB).

NF EN ISO 10301 (1997) Qualité de l'eau - Dosage des hydrocarbures halogénés.