

Méthode	Version	Date d'entrée en vigueur
E-III-3.1	2	20/01/2022
Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) par HPLC dans les eaux		

Descriptif		
Paramètre	-15 HAP de l'ISO 17993 : naphtalène, acénaphène, fluorène, phénanthrène, anthracène, fluoranthène, pyrène, benzo(a)anthracène, chrysène, benzo(b)fluoranthène, benzo(k)fluoranthène, benzo(a)pyrène, dibenzo(ah)anthracène, benzo(ghi)pérylène et indéno(1,2,3-cd)pyrène -un HAP supplémentaire : acénaphthylène	
Référence normative	NBN EN ISO 17993	2002

Domaine d'application	
Matrice	Eaux potable Eaux de surface Eaux souterraines Eaux usées

Critères de performance		
Limite de quantification (LQ)	Par composé individuel pour les 15 HAP de l'ISO 17993 : Eaux potables et eaux souterraines : 0,005 Eaux de surface : 0,01 Pour l'acénaphthylène : 0,03 avec un détecteur à barrette de diodes (DAD)	µg/l
Incertitude à la LQ	-	%
Gamme de travail	-	µg/l

(a) source norme de référence

(b) source laboratoire ISSeP : incertitude élargie par combinaison de la reproductibilité intralaboratoire et du biais de la méthode selon la norme ISO 11352:2012

(c) source laboratoire ISSeP : Validation de la méthode



1. Objet

Cette méthode décrit le dosage des 16 hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) par chromatographie liquide haute performance (HPLC) de tout échantillon d'eau.

2. Procédure

L'ensemble des prescriptions de la norme de référence internationale NBN EN ISO 17993 : 2002 sont d'application, à l'exception des prescriptions spécifiques à la Région wallonne. Ces prescriptions spécifiques s'écartent ou limitent le choix de celles de la norme de référence internationale. Elles sont reprises, en gras, dans le tableau ci-dessous au sein de la colonne « Prescriptions CWEA ». Les prescriptions y relatives qui sont reprises dans la norme de référence sont listées, pour information au sein de la colonne « Prescription norme de référence ».

<u>Prescriptions de la norme de référence</u>	<u>Prescriptions CWEA</u>
Domaine d'application	
(§1 de la norme de référence)	L'acénaphthylène doit être dosé à une concentration supérieure à 30 ng/l avec un détecteur à barrette de diodes (DAD).
Principe	
(§3 de la norme de référence)	Les HAP sont séparés par HPLC et détectés par un détecteur fluorimétrique à longueurs d'onde d'excitation et d'émission variables pour les 15 HAP et par un détecteur à barrette de diodes DAD pour l'acénaphthylène.
Réactifs	
(§5 de la norme de référence)	<p>La norme NBN EN ISO 17993 (2002) préconise une purification sur gel de silice pour les échantillons d'eaux usées ou d'échantillons d'origine inconnue mais une purification sur colonne d'oxyde d'alumine est également possible (la norme ISO 13859 (2014) dans les sols permet les 2 purifications):</p> <p>-Oxyde d'alumine basique de granulométrie $\pm 100 \mu\text{m}$ Activation et désactivation de l'alumine: chauffer l'alumine basique pendant huit heures à 150 °C. Laisser refroidir dans un dessiccateur. Peser 11 g d'eau désionisée pour 89 g d'alumine activée. Agiter jusqu'à dispersion de tous les agrégats en flacon hermétique et laisser reposer l'alumine ainsi désactivée au moins 16 heures avant l'emploi. Utiliser pendant maximum 15 jours.</p>
(§5.8 de la norme de référence)	Une solution de référence certifiée NIST1647 « Priority Pollutant Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Acetonitril » de concentrations variables suivant les constituants (de 4 mg/l à 20 mg/l) peut servir de solution-mère pour réaliser les solutions d'étalonnage ou uniquement pour vérifier la solution commerciale.

<u>Prescriptions de la norme de référence</u>	<u>Prescriptions CWEA</u>
Appareillage	
(§6 de la norme de référence)	Chromatographe en phase liquide à haute performance, équipé d'un détecteur fluorimétrique à longueurs d'onde d'excitation et d'émission variables (capable de programmer au moins 6 paires de longueurs d'ondes) et d'un détecteur à barette de diodes (DAD).
Purification de l'extrait	
(§8.4 de la norme de référence)	<p>Dans le cas d'eaux usées (de rejet) ou d'échantillons d'origine inconnue, une purification a lieu soit sur gel de silice soit à l'aide d'oxyde d'alumine :</p> <p>Dans le cas de la purification sur colonne d'oxyde d'alumine :</p> <p>Faire glisser un petit tampon de laine de verre jusqu'à l'extrémité de la colonne de purification.</p> <p>Remplir la colonne de purification avec 5 g d'alumine désactivée en tapotant légèrement puis avec 1 cm de sulfate de sodium anhydre. Rincer la colonne avec environ 10 ml de cyclohexane (1 à 2 fois le volume d'alumine).</p> <p>Lorsque le ménisque du solvant affleure la surface du sulfate de sodium, ajouter l'extrait à la pipette Pasteur.</p> <p>Rincer le tube ayant contenu l'extrait et transférer sur la colonne. Eluer avec 40 ml de cyclohexane.</p> <p>Concentrer sous azote l'extrait purifié jusqu'à 0.5 ml.</p>

<u>Prescriptions de la norme de référence</u>	<u>Prescriptions CWEA</u>					
	Détection					
(§8.5.3 de la norme de référence)	A titre informatif, les longueurs d'onde sélectionnées à l'ISSeP sont présentées dans le tableau ci-dessous :					
			ISSeP		Norme ISO	
		Composé	Longueur d'onde (nm)		Longueur d'onde (nm)	
			Excitation	Emission	Excitation	Emission
	1	Naphtalène				
	2	Acénaphène				
	3	Fluorène	260	330	275	350
	4	Phénanthrène	250	374		
	5	Anthracène	250	400	260	420
	6	Fluoranthène			270	440
	7	Pyrène	270	400		
	8	Benzo(a)anthracène			260	420
	9	Chrysène				
	10	Benzo(b)fluoranthène				
	11	Benzo(k)fluoranthène				
	12	Benzo(a)pyrène	290	430	290	430
13	Dibenzo(ah)anthracène					
14	Benzo(ghi)pérylène					
15	Indéno(1,2,3-cd)pyrène	305	500	305	500	
	Pour le détecteur à barrette de diodes (DAD) placé en série, la quantification de l'acénaphthylène peut être réalisée à 229 nm. La confirmation de l'identité et de la pureté du pic est réalisée par comparaison du spectre UV avec celui des étalons.					



<u>Prescriptions de la norme de référence</u>	<u>Prescriptions CWEA</u>
Etalonnage	
(§8.6.4 de la norme de référence)	<p>Paramètre qualité : dans le cas où une purification à l'oxyde d'alumine est réalisée :</p> <p>Effectuer parallèlement à la purification un "test alumine" où l'échantillon est remplacé par 100 µl de la solution étalon commerciale de concentration 10 mg/l diluée 20 x (500 µg/l).</p> <p>Le pourcentage de récupération de chaque HAP doit se situer entre 85 et 115 %.</p>
Rapport d'essai	
(§11 de la norme de référence)	<p>Le rapport doit contenir au minimum :</p> <ul style="list-style-type: none"> • une référence à la présente méthode de la Région wallonne; • l'identification complète de l'échantillon; • les détails opératoires non prévus dans la méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

3. Informations de révision

Les principales modifications apportées à cette procédure par rapport à la version précédente sont : /