

Méthode	Version	Date d'entrée en vigueur
E-III-5	3	20/01/2022
Détermination de l'indice hydrocarbure C₁₀-C₄₀ par chromatographie en phase gazeuse		

Descriptif		
Paramètre	Indice hydrocarbure C ₁₀ -C ₄₀	
Référence normative	NBN EN ISO 9377-2	2001

Domaine d'application	
Matrice	Eaux de surfaces Eaux résiduelles Eaux des stations d'épuration

Critères de performance		
Limite de quantification (LQ)	0,1	mg/l
Incertitude	55 (b)	%
Gamme de travail	0,1 à 5,0	mg/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 la détermination de l'indice hydrocarbure C₁₀-C₄₀ par extraction solvant et chromatographie en phase gazeuse.

2. Procédure

L'ensemble des prescriptions de la norme de référence internationale NBN EN ISO 9377-2 : 2001 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>
Réactifs	
(§6.7 de la norme de référence)	Activé à 600 °C pendant 16 heures.
(§6.8.2 de la norme de référence)	Les solutions filles d'étalonnage doivent être stockées à 4 °C dans des récipients hermétiquement fermés au maximum 6 semaines.
(§ 6.8. et § 9.7.2.4 de la norme de référence)	Une solution de contrôle <u>indépendante</u> (autre origine que la courbe d'étalonnage) avec une concentration en hydrocarbure au centre de la gamme de mesurage doit être préparée. Celle-ci permet de vérifier la validité de la fonction d'étalonnage. Des concentrations plus élevées peuvent être recommandées pour d'autres applications. En cas d'injection large volume, adapter les concentrations des étalons.
(§6.9 de la norme de référence)	Mélange de tous les n-alcanes pairs du C10 au C40.

Appareillage	
(§7 de la norme de référence)	Colonne pour chromatographie en phase gazeuse : colonne capillaire avec une phase apolaire (95 % diméthyl/5 % diphénylpolsiloxane de 5 à 25 m de long avec un diamètre interne de 0.10 à 0.32 mm et une épaisseur de film de 0.1 à 0.25 µm).
Mode opératoire	
(§9.3 de la norme de référence)	Rincer la bouteille ayant contenu l'échantillon (si bouteille dédiée) avec 50 ml de la solution étalon du solvant d'extraction, puis les transférer dans l'erlenmeyer, si l'extraction ne se fait pas dans la bouteille. Agiter sur plaque magnétique pendant 1 heure. Filtrer la phase organique sur du sulfate de sodium anhydre. Rincer l'ampoule et le sulfate avec la solution étalon du solvant d'extraction.
(§9.4 de la norme de référence)	Utiliser au moins 3 g de Florisil®. Remplir la colonne de purification avec un morceau de laine de verre, du Florisil® sur une hauteur d'environ 5 cm en tapotant légèrement et avec environ 1 cm de sulfate de sodium anhydre. Conditionner la colonne avec un volume au moins égal à la hauteur du Florisil® de solution étalon du solvant d'extraction. Eluer l'échantillon. Rincer l'échantillon avec 4x10 ml avec la solution étalon du solvant d'extraction.
Etalonnage de routine	
(§9.7.2.3 de la norme de référence)	Analyser un minimum de cinq dilutions du mélange étalon. Calculer la fonction d'étalonnage par une analyse de régression linéaire, pondérée ou non, des aires de pic. Cet étalonnage est effectué toutes les 6 semaines ou lorsque le contrôle montre une dérive de plus de 10 %.



Calcul	
(§9.8 de la norme de référence)	<p>Dans le cadre du Décret relatif à la gestion des sols du 5 décembre 2008, le fractionnement suivant est demandé :</p> <p>EC10-EC12 EC12-EC16 EC16-EC21 EC21-EC35 (EC35-EC40)</p> <p>Les bornes d'intégration sont placées aux temps de rétention correspondants des n-alcanes (C12, C16, C21 et C35), les aires de chaque fraction sont mesurées et le calcul se fait sur base de l'aire totale C10-C40.</p>
Rapport d'essai	
(§10 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 précisions relatives au traitement préalable auquel l'échantillon a éventuellement été soumis; -les résultats du dosage conformément au point 9.8; -les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats. <p>Les renseignements qualitatifs suivants peuvent également être fournis dans le rapport :</p> <ol style="list-style-type: none"> 1- la plage d'ébullition de substances telles que le kérosène, le diesel, les huiles minérales... détectées sur la base du temps de rétention relatif par rapport au point d'ébullition du mélange des n-alcanes. 2- toute présence d'hydrocarbures volatils (< C10). 3- toute présence d'hydrocarbures ayant un point d'ébullition élevé (> C40). <p>Il peut être utile de joindre les chromatogrammes des échantillons.</p>



3. Informations de révision

Les principales modifications apportées à cette procédure par rapport à la version précédente sont : le rinçage de l'échantillon avec 4x10 ml de la solution étalon du solvant d'extraction.