

Méthode	Version	Date d'entrée en vigueur
S-III-3.1	3	20/01/2022
Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) par HPLC		

Descriptif		
Paramètre	16 HAP : naphthalène, acénaphène, fluorène, phénanthrène, anthracène, fluoranthène, pyrène, benzo(a)anthracène, chrysène, benzo(b)fluoranthène, benzo(k)fluoranthène, benzo(a)pyrène, dibenzo(a,h)anthracène, benzo(g,h,i)pérylène et indéno(1,2,3-cd)pyrène, acénaphylène	
Référence normative	ISO 13859	2014

Domaine d'application	
Matrice	Sols

Critères de performance		
Limite inférieure de quantification (LQ) (normative)	0,01	mg/kg _{mat.} brute.
Incertitude (relative) de la mesure à la LQ	cf. Annexe 1 (a)	%
Gamme de travail	0,01 à 1	mg/kg _{mat.} sec.

(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

La présente procédure a pour objet de décrire une méthode de détermination quantitative par chromatographie liquide à haute performance des hydrocarbures aromatiques polycycliques contenus dans les sols.

2. Procédure

L'ensemble des prescriptions de la norme de référence internationale ISO 13859 : 2014 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>
Echantillonnage, conservation et prétraitement	
(§9.1 de la norme de référence)	<p>Les échantillons bruts prélevés sur le terrain doivent être conservés dans des récipients appropriés, à l'abri de la lumière, à une température de 4°C et pendant une durée maximale de 7 jours. Cependant la conservation des échantillons bruts peut être augmentée à 2 semaines à 4°C pour l'analyse des HAP excepté le naphthalène et à 6 mois à -18°C pour l'ensemble des HAP.</p> <p>La norme ISO 18512 est à la base de ces critères de conservation.</p>
(§10.2.3 de la norme de référence)	<p>L'extraction par liquide pressurisé peut-être réalisée avec d'autres solvants ou mélanges de solvants. Dans ce cas, s'assurer que l'efficacité du mode opératoire d'extraction soit équivalente.</p>

3. Informations de révision

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

<u>Version précédente</u>	<u>Présente version</u>
Norme de référence : ISO 13877 :1998	Norme de référence : ISO 13859 : 2014



Annexe 1 (informative)

Results of the interlaboratory comparison studies of the determination of PAH by GC-MC and HPLC in sludge and treated biowaste.

Matrix	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>n</i> ₀	<i>x</i> μg/kg	<i>S</i> _R μg/kg	<i>C</i> _{V,R} %	<i>S</i> _r μg/kg	<i>C</i> _{V,r} %	<i>BD</i>
Acenaphthene									
Sludge 1	14	44	2	87,2	55,9	64,1	13,0	14,9	4
Compost 1	7	17	2	5,5	2,0	36,8	0,5	9,6	16
Acenaphthylene									
Sludge 1	9	26	2	29,6	20,3	68,4	10,3	34,7	8
Compost 1	7	17	2	5,5	2,0	36,8	0,5	9,6	13
Anthracene									
Sludge 1	18	67	0	228	101,3	44,5	20,7	9,1	0
Compost 1	16	56	1	31,8	12,5	39,3	4,3	13,6	0
Benz(a)anthracene									
Sludge 1	16	60	0	977	297,2	30,4	141,6	14,5	1
Compost 1	15	60	0	369,0	131,8	35,7	58,6	15,9	0
Benzo(a)pyrene									
Sludge 1	17	58	1	820,0	304,0	37,1	64,3	7,8	0
Compost 1	15	53	1	381,1	83,1	21,8	54,0	14,2	0
Benzo(b)fluoranthene									
Sludge 1	16	57	1	1274	455,2	35,7	112,1	8,8	0
Compost 1	14	55	0	544	163,1	30,0	65,3	12,0	0
Benzo(g,h,i)perylene									
Sludge 1	17	54	2	694	218,7	31,5	52,8	7,6	0
Compost 1	16	56	1	314	157,7	50,3	36,0	11,5	0
Benzo(k)fluoranthene									
Sludge 1	16	61	0	590	156,6	26,5	52,0	8,8	0
Compost 1	15	56	1	236	44,5	18,8	33,4	14,1	0
Chrysene									
Sludge 1	16	53	2	1077	326,6	30,3	68,0	6,3	0
Compost 1	13	52	0	425	157,7	37,1	47,5	11,2	0
Dibenz(a,h)anthracene									
Sludge 1	16	53	2	194	80,2	41,4	14,7	7,6	0



Compost 1	14	43	0	74,3	28,2	38,0	10,6	14,2	1
Fluoranthene									
Sludge 1	17	60	1	2397	417,7	17,4	135,6	5,7	0
Compost 1	14	42	0	536	154,9	28,9	56,4	10,5	0
Fluorene									
Sludge 1	17	59	1	179	50,2	28,1	11,2	6,3	0
Compost 1	11	26	1	16,8	16,8	99,6	4,5	26,5	9
Indeno(1,2,3-cd)pyrene									
Sludge 1	16	61	0	768	277,4	36,1	73,8	9,6	2
Compost 1	14	42	0	304	89,3	29,4	27,1	8,9	1
Naphthalene									
Sludge 1	15	42	3	75,6	27,0	35,7	7,7	10,1	0
Compost 1	9	15	3	7,9	2,0	25,7	0,4	5,5	10
Phenanthrene									
Sludge 1	18	58	2	1200	357,0	29,7	60,4	5,0	0
Compost 1	16	60	0	107	35,9	33,6	10,9	10,2	0
Pyrene									
Sludge 1	17	58	1	1579	472,2	29,9	90,0	5,7	0
Compost 1	16	60	0	448	134,5	30,0	57,5	12,8	0
Total									
Sludge 1	16	59	1	12312	3598	29,2	782	6,4	0
Compost 1	16	61	0	3318	1021	30,8	712	21,5	0
/ number of laboratories n number of analytical results n_o number of rejected laboratories x total mean of analytical results (without outliers) s_R reproducibility standard deviation $C_{V,R}$ coefficient of variation of reproducibility s_r repeatability standard deviation $C_{V,r}$ coefficient of variation of repeatability BD number of measurements below detection limit									