

Méthode	Version	Date d'entrée en vigueur
S-III-3.2	2	20/01/2022
Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) par GC/MS		

Descriptif		
Paramètre	16 HAP : naphtalène, 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	NBN EN 16181	2018

Domaine d'application	
Matrice	Sols

Critères de performance		
Limite inférieure de détection (LD) (normative)	0,01	mg/kg _{mat.} sec.
Incertitude (relative) de la mesure à la LQ	cf. Annexe 1 (a)	%
Gamme de travail (normative)		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 en phase gazeuse des hydrocarbures aromatiques polycycliques contenus dans les sols.

2. Procédure

L'ensemble des prescriptions de la norme de référence internationale NBN EN 16181 : 2018 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 Naphtalène 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>

3. Informations de révision

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



Annexe 1 (informative)

La norme NBN EN 16181 reprend des critères de reproductibilité et de répétabilité CV_R et CV_r .

Résultats des études comparatives interlaboratoires du dosage des HAP par CG-MS et HPLC dans les boues, les biodéchets traités et les sols

Paramètre	Matrice	l_0	l	n_0	n	x	S_R	CV_R	S_r	CV_r
						<i>mg/kg</i>	<i>mg/kg</i>	<i>%</i>	<i>mg/kg</i>	<i>%</i>
Naphtalène	Sol	29	27	87	81	0,079	0,031	39,25	0,009	11,85
	Compost	29	25	81	75	0,045	0,017	36,82	0,004	9,30
	Boue	29	26	84	78	0,048	0,021	44,53	0,008	17,06
Acénaphthylène	Sol	25	18	59	53	0,009	0,005	59,28	0,001	15,84
	Compost	25	17	59	50	0,020	0,008	41,77	0,003	13,46
	Boue	25	19	56	56	0,030	0,015	50,10	0,004	13,66
Acénaphthène	Sol	29	28	87	84	0,095	0,030	31,68	0,008	8,74
	Compost	29	25	81	74	0,025	0,010	41,26	0,002	9,65
	Boue	29	21	72	63	0,028	0,021	73,65	0,004	13,32
Fluorène	Sol	29	27	87	81	0,153	0,054	35,16	0,015	9,76
	Compost	29	23	81	69	0,051	0,020	38,56	0,004	7,04
	Boue	29	24	78	72	0,066	0,023	35,23	0,006	9,35
Phénanthrène	Sol	29	24	87	72	0,521	0,075	14,30	0,032	6,10
	Compost	29	28	87	84	0,282	0,095	33,61	0,018	6,25
	Boue	29	27	87	81	0,368	0,139	37,80	0,025	6,90
Anthracène	Sol	29	27	87	81	0,294	0,086	29,11	0,047	16,11
	Compost	29	26	84	78	0,046	0,019	41,53	0,005	0,48
	Boue	29	26	84	78	0,071	0,031	43,14	0,006	8,54
Fluoranthène	Sol	28	22	84	66	0,483	0,059	12,28	0,032	6,69

	Compost	29	28	87	84	0,525	0,121	22,96	0,028	5,24
	Boue	29	28	87	84	0,449	0,152	33,89	0,037	8,18
Pyrène	Sol	29	25	87	75	0,272	0,047	17,17	0,025	9,19
	Compost	29	28	87	83	0,377	0,106	28,17	0,026	6,98
	Boue	29	28	87	84	0,349	0,124	35,49	0,030	8,53
Benzo[a]anthracène	Sol	29	28	84	83	0,060	0,018	29,69	0,007	11,96
	Compost	29	24	84	72	0,223	0,059	26,47	0,013	5,66
	Boue	29	28	84	84	0,191	0,071	37,30	0,018	9,52
Chrysène	Sol	29	28	84	84	0,062	0,020	32,19	0,007	11,62
	Compost	29	26	84	78	0,246	0,076	30,65	0,017	6,83
	Boue	29	28	84	84	0,228	0,103	45,26	0,019	8,38
Benzo[b]fluoranthène	Sol	28	26	81	77	0,046	0,015	32,24	0,005	11,57
	Compost	28	27	84	81	0,281	0,120	42,61	0,020	7,12
	Boue	28	27	84	81	0,219	0,091	41,56	0,021	9,80
Benzo[k]fluoranthène	Sol	28	23	74	68	0,018	0,006	34,31	0,002	11,28
	Compost	28	25	84	75	0,115	0,037	31,96	0,012	10,29
	Boue	28	26	81	78	0,096	0,041	42,89	0,010	9,97
Somme du benzo[b+k]fluoranthène	Sol	29	25	84	75	0,062	0,016	25,47	0,006	9,74
	Compost	29	27	87	81	0,392	0,124	31,73	0,027	6,78
	Boue	29	28	87	84	0,313	0,116	37,15	0,028	8,83
Benzo[a]pyrène	Sol	29	26	80	77	0,02	0,005	26,26	0,003	14,69
	Compost	29	27	87	81	0,192	0,069	36,06	0,011	5,53
	Boue	29	29	87	87	0,149	0,06	39,97	0,012	8,02
Benzo[g,h,i]pérylène	Sol	28	23	77	68	0,015	0,004	29,01	0,002	10,71
	Compost	29	25	80	75	0,154	0,05	32,43	0,012	7,68

	Boue	28	26	81	78	0,116	0,056	47,81	0,010	8,92
Dibenzo[a,h] anthracène	Sol	27	16	50	47	0,005	0,004	86,02	0,001	14,57
	Compost	29	24	78	72	0,044	0,028	63,08	0,004	10,21
	Boue	27	22	68	65	0,034	0,023	68,18	0,005	13,43
Indéno[1,2,3-cd] pyrène	Sol	28	24	77	71	0,017	0,004	26,17	0,003	16,10
	Compost	29	25	84	75	0,150	0,044	29,22	0,013	8,77
	Boue	28	24	70	69	0,204	0,250	122,55	0,015	7,43
Somme des 16 HAP de l'EPA	Sol	29	27	87	81	2,251	0,673	29,91	0,162	7,21
	Compost	29	27	87	81	2,807	0,738	26,29	0,140	4,98
	Boue	29	28	87	84	2,745	0,95	34,60	0,164	5,97
Somme des 15 HAP de l'EPA (à l'exclusion de l'acénatphtylène)	Sol	29	27	87	81	2,242	0,672	29,99	0,160	7,16
	Compost	29	27	87	81	2,782	0,723	25,98	0,138	4,96
	Boue	29	28	87	84	2,726	0,95	34,84	0,163	5,98

l_o est le nombre de laboratoires participants.

l est le nombre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes.

n_o est le nombre de valeurs de mesures individuelles.

n est le nombre de valeurs de mesures individuelles sans les valeurs aberrantes.

x est la moyenne totale (sans les valeurs aberrantes).

S_R est l'écart-type de reproductibilité.

CV_R est le coefficient de variation de la reproductibilité.

S_r est l'écart-type de répétabilité.

CV_r est le coefficient de variation de la répétabilité.