

| Méthode | Version | Date d'entrée en vigueur |
|--|----------|--------------------------|
| S-III-5 | 5 | 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 14039 ISO 16703 | 2004 2004 |

| Domaine d'application | |
|-----------------------|--|
| Matrice | Sols Sédiments Matières utilisées sur ou dans les sols |

| Critères de performance | | |
|-------------------------------|------------|-------|
| Limite de quantification (LQ) | 50 | mg/kg |
| Incertitude | 47 (b) | % |
| Gamme de travail | 50 à 10000 | mg/kg |

- (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 procédure a pour objet de décrire une méthode de détermination de l'indice hydrocarbure C10-C40 par chromatographie en phase gazeuse (GC) et détection par ionisation de flamme (FID) dans les sols (y compris les sédiments), les matières utilisées sur ou dans les sols et les déchets.

2. Procédure

L'ensemble des prescriptions des normes de référence internationales NBN EN 14039:2004 / ISO 16703:2004 sont d'application, à l'exception des prescriptions spécifiques à la Région wallonne. Ces prescriptions spécifiques s'écartent ou limitent le choix de celles des normes de référence internationales. 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 les normes 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> |
|---|---|
| Termes et définitions | |
| §3.1 de la norme de référence | L'hexane peut être utilisé à la place de l'heptane. |
| Réactifs | |
| §6.3 de la norme de référence | L'hexane, l'isohexane ou le n-heptane peuvent également être utilisés. La qualité utilisée doit être telle que le critère du blanc soit atteint. |
| §6.4 de la norme de référence | Le silicate de magnésium est activé à 600 °C pendant 16 heures. Ou colonne de purification commerciale : 5 g de Florisil®, capacité 25 ml. |
| §6.5 de la norme de référence | Le sulfate de sodium anhydre est traité à 600 °C pendant 16 heures, puis stocké dans un dessiccateur. |

| <u>Prescriptions de la norme de référence</u> | <u>Prescriptions CWEA</u> |
|--|--|
| §6.6 de la norme de référence | <p>Peser 200 mg de stéarate de stéaryle. Ajuster au trait le jaugé de 100 ml avec la solution étalon RTW. La solution doit être hermétiquement fermée et conservée au frigo.</p> |
| §6.9 de la norme de référence | <p>Préparer 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. Des concentrations plus élevées peuvent être recommandées pour d'autres applications.</p> |
| §6.11 de la norme de référence | Utiliser au moins 3 g de Florisil® pour 5 g d'échantillon brut. |
| §6 de la norme de référence | sulfate de magnésium heptahydraté (MgSO ₄ ·7H ₂ O) |
| Appareillage | |
| §8.4 de la norme de référence | <p>Colonne pour chromatographie en phase gazeuse : colonne capillaire avec une phase apolaire (95 % diméthyl/5 % diphénylpolysiloxane 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).</p> |
| Conservation et prétraitement des échantillons | |
| §9 de la norme de référence | <p>Prélever les échantillons dans des pots en verre brun.</p> <p>Les échantillons sont conservés hermétiquement à l'abri de la lumière à une température de 4 ± 2 °C et extraits dans la semaine. Si les échantillons sont séchés avec du Na₂SO₄, ils peuvent être conservés un mois au réfrigérateur.</p> |

| <u>Prescriptions de la norme de référence</u> | <u>Prescriptions CWEA</u> |
|---|---|
| Mode opératoire | |
| §10.1 de la norme de référence | L'échantillon est remplacé par 10 ou 20 g de sulfate de sodium anhydre. |
| en plus de la norme | <p><u>Préparation de l'échantillon :</u></p> <p>Verser le contenu sur une feuille à revêtement téflonné ou faire un ou plusieurs carottages dans le pot à l'aide d'un évideur de ± 15 mm de diamètre. Eliminer les pierres et autres matériaux non broyables ayant un diamètre supérieur à 10 mm et prendre ± 50 g d'échantillon représentatif (peser au trébuchet). Ajouter le même poids de sulfate de sodium anhydre si le solide contient de 50 à 100 % de matières sèches, ajouter 2 à 3 fois le poids de l'échantillon pour les boues contenant 10 à 50 % de matières sèches et ajouter 4 fois le poids de l'échantillon pour les matières contenant moins de 10 % de matières sèches (par exemple les digestats de biométhanisation)</p> <p>Homogénéiser rapidement au pilon de façon à obtenir une poudre fine et sèche.</p> <p>Dans le cas particulier de déchets de type shredder qui contient des matières plastiques, un séchage à l'étuve à 40 °C suivi d'un broyage cryogénique est nécessaire de façon à obtenir un échantillon représentatif de granulométrie de 4 mm.</p> |

| <u>Prescriptions de la norme de référence</u> | <u>Prescriptions CWEA</u> |
|---|---|
| <p>§10.3 de la norme de référence</p> | <p>Avant utilisation, rincer la verrerie au solvant (6.3).</p> <p><u>Extraction :</u></p> <p><u>Méthode par extraction à chaud et sous pression :</u></p> <p>Les échantillons mélangés avec du sulfate de sodium anhydre (6.5) sont extraits à chaud et sous pression. Peser les cellules non remplies. Remplir la cellule avec 10 à 20 g d'échantillons additionnés du sulfate de sodium anhydre (6.5). Placer les cellules sur le carrousel de l'appareil. Equiper celui-ci des fioles adéquates de 40 ou 60 ml suivant la capacité de la cellule choisie. Extraire au mélange n-hexane/acétone 50/50 v/v.</p> <p>Exemple de paramètres d'extraction :</p> <ul style="list-style-type: none"> Chauffage : 5 minutes Extraction statique : 5 minutes Pression d'extraction : 2000 psi Température d'extraction : 100 °C Volume de purge : 60 % Temps de purge : 150 secondes Nombre de cycle : 1 Nombre d'extraction par cellule : 1 Solvant : n-hexane/acétone : 50/50 v/v <p>Transvaser l'extrait dans une ampoule à décanter de 500 ml.</p> <p>Rincer le flacon avec 2x10 ml de la solution fille du solvant d'extraction (6.7). Pour enlever l'acétone, laver l'extrait avec 250 ml d'une solution aqueuse saturée en sulfate de magnésium heptahydraté (80 g/l) en agitant l'ampoule pendant 3 minutes. Evacuer la phase aqueuse. Répéter l'opération de lavage avec 250 ml de la solution aqueuse saturée en sulfate de magnésium heptahydraté (80 g/l) en agitant l'ampoule pendant 3 minutes.</p> |

| <u>Prescriptions de la norme de référence</u> | <u>Prescriptions CWEA</u> |
|---|--|
| | <p>Evacuer la phase aqueuse. Filtrer la phase organique sur du sulfate de sodium anhydre (6.5) et récupérer dans un erlenmeyer de 100 ml. Rincer l'ampoule et le sulfate du filtre avec la solution fille du solvant d'extraction (6.7).</p> <p>Remarque : il est très important que l'extrait soit exempt d'acétone (< 0,1 % vol), sinon la purification sera incomplète et les résultats pourront être surestimés.</p> <p><u>Méthode soxhlet :</u></p> <p>Les échantillons mélangés avec du sulfate de sodium anhydre sont extraits au soxhlet pendant 16 h moyennant un lavage préliminaire de la cartouche et du tampon de laine de verre à l'hexane.</p> <p>Dans le cas particulier de déchets de type shredder qui contient des matières plastiques, extraire l'échantillon à l'hexane et non avec le mélange hexane/acétone et uniquement en soxhlet pendant 2 heures pour éviter la co-extraction de certains polymères.</p> <p>Procéder ensuite au lavage et au séchage de l'extrait comme défini ci-dessus.</p> <p><u>Purification :</u></p> <p>Utiliser au moins 3 g de Florisil® pour 5 g d'échantillon brut</p> <p><u>Colonne commerciale (5 g -capacité 25 ml) :</u></p> <p>Placer environ 1 g (\pm 1 cm) de sulfate de sodium anhydre sur la colonne de purification. Conditionner la colonne de Florisil® (6.4) avec un</p> |



| <u>Prescriptions de la norme de référence</u> | <u>Prescriptions CWEA</u> |
|---|--|
| | <p>volume au moins égal à la hauteur du Florisil® de solution fille du solvant d'extraction (jusqu'au-dessus de la colonne). Eluer l'échantillon. Rincer l'échantillon avec 3x 10 ml de la solution fille du solvant d'extraction.</p> <p><u>Colonne à remplir :</u></p> <p>Remplir la colonne de purification avec un morceau de laine de verre, 5 g de Florisil® en tapotant légèrement et avec environ 1cm de sulfate de sodium anhydre. Conditionner la colonne avec un volume au moins égal à la hauteur du Florisil® de solution fille du solvant d'extraction. Eluer l'échantillon. Rincer l'échantillon avec 3x 10 ml avec la solution fille du solvant d'extraction.</p> <p>Remarque : Une saturation de la colonne de purification peut avoir lieu à cause des graisses (esters d'acides gras) présentes dans les échantillons de type boues de station d'épuration. Cette saturation se remarque visuellement et un second passage sur une nouvelle colonne est alors nécessaire pour ne pas surestimer la teneur en hydrocarbures.</p> <p><u>Concentration :</u></p> <p>Concentrer l'extrait purifié sous flux d'azote jusqu'à 1 ml. Transvaser l'extrait à la pipette pasteur dans une fiole préalablement pesée. Rincer les parois du tube avec la solution fille du solvant d'extraction. Peser la fiole contenant l'extrait avec la balance analytique de précision 1 mg. Déterminer le volume exact grâce à la pesée (volume final : 1 à 2 ml).</p> |



| <u>Prescriptions de la norme de référence</u> | <u>Prescriptions CWEA</u> |
|---|---|
| | <p>Cette concentration doit se faire en douceur pour éviter la perte des volatils éventuels.</p> <p>Cette concentration peut ne pas être nécessaire si les échantillons présentent un taux élevé d'hydrocarbures ou si l'injection large volume est utilisée.</p> |
| §10.4.3 de la norme de référence | <p>Analyser un minimum de cinq dilutions du mélange étalon.</p> <p>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 %.</p> |
| §10.5 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 réalisé :</p> <p>>EC₁₀-EC₁₂ >EC₁₂-EC₁₆ >EC₁₆-EC₂₁ >EC₂₁-EC₃₅ (>EC₃₅-EC₄₀<)</p> <p>Les bornes d'intégration sont placées juste après les 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> |
| §10.6.1 et §10.6.2 de la norme de référence | <p>Vérifier l'aptitude du Florisil® à chaque nouveau lot et au moins une fois tous les deux mois.</p> |
| §10 de la norme de référence | <p>Deux fois par an, effectuer six essais avec un matériau de référence certifié.</p> <p>Les résultats de ces essais doivent se situer dans l'intervalle de confiance donné dans le certificat.</p> |

3. Informations de révision

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

