ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

ILNAS

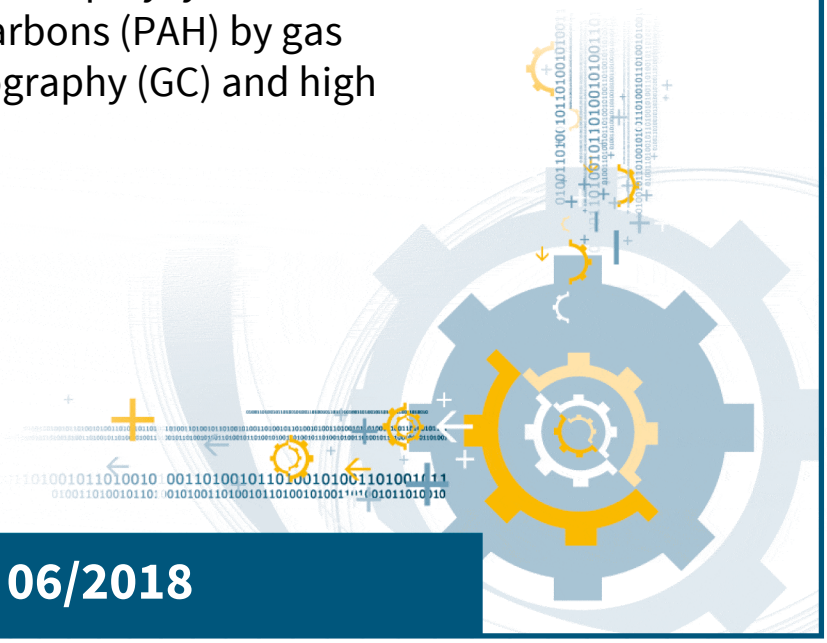
Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

ILNAS-EN 16181:2018

Sols, biodéchets traités et boues - Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) par chromatographie en phase gazeuse et

Boden, behandelter Bioabfall und Schlamm - Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels

Soil, treated biowaste and sludge - Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) by gas chromatography (GC) and high



06/2018

Avant-propos national

Cette Norme Européenne EN 16181:2018 a été adoptée comme Norme Luxembourgeoise ILNAS-EN 16181:2018.

Toute personne intéressée, membre d'une organisation basée au Luxembourg, peut participer gratuitement à l'élaboration de normes luxembourgeoises (ILNAS), européennes (CEN, CENELEC) et internationales (ISO, IEC) :

- Influencer et participer à la conception de normes
- Anticiper les développements futurs
- Participer aux réunions des comités techniques

https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html

ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

CETTE PUBLICATION EST PROTÉGÉE PAR LE DROIT D'AUTEUR
Aucun contenu de la présente publication ne peut être reproduit ou utilisé sous quelque forme ou par quelque procédé que ce soit - électronique, mécanique, photocopie ou par d'autres moyens sans autorisation préalable !

NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD

EN 16181

Juin 2018

ICS 13.030.01; 13.080.10

Remplace CEN/TS 16181:2013

Version Française

Sols, biodéchets traités et boues - Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) par chromatographie en phase gazeuse et chromatographie liquide à haute performance

Boden, behandelter Bioabfall und Schlamm - Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels Gaschromatographie (GC) und Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC)

Soil, treated biowaste and sludge - Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) by gas chromatography (GC) and high performance liquid chromatography (HPLC)

La présente Norme européenne a été adoptée par le CEN le 4 avril 2018.

Les membres du CEN sont tenus de se soumettre au Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, qui définit les conditions dans lesquelles doit être attribué, sans modification, le statut de norme nationale à la Norme européenne. Les listes mises à jour et les références bibliographiques relatives à ces normes nationales peuvent être obtenues auprès du Centre de Gestion du CEN-CENELEC ou auprès des membres du CEN.

La présente Norme européenne existe en trois versions officielles (allemand, anglais, français). Une version dans une autre langue faite par traduction sous la responsabilité d'un membre du CEN dans sa langue nationale et notifiée au Centre de Gestion du CEN-CENELEC, a le même statut que les versions officielles.

Les membres du CEN sont les organismes nationaux de normalisation des pays suivants: Allemagne, Ancienne République yougoslave de Macédoine, Autriche, Belgique, Bulgarie, Chypre, Croatie, Danemark, Espagne, Estonie, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République de Serbie, République Tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Slovaquie, Slovénie, Suède, Suisse et Turquie.

ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION

CEN-CENELEC Management Centre: Rue de la Science 23, B-1040 Bruxelles

© 2018 CEN Tous droits d'exploitation sous quelque forme et de quelque manière que ce soit réservés dans le monde entier aux membres nationaux du CEN.

Sommaire

Page

Avant-propos européen 4
Introduction 5
1 Domaine d'application 6
2 Références normatives 7
3 Termes et définitions 7
4 Principe 9
5 Interférences 9
5.1 Interférences lors de l'échantillonnage et de l'extraction 9
5.2 Interférences avec la méthode CG-SM 9
5.3 Interférences en HPLC 10
6 Remarques concernant la sécurité 10
7 Réactifs 11
8 Appareillage 16
9 Stockage et conservation des échantillons 17
9.1 Stockage des échantillons 17
9.2 Prétraitement des échantillons 18
10 Mode opératoire 18
10.1 Essai à blanc 18
10.2 Extraction 19
10.2.1 Généralités 19
10.2.2 Mode opératoire d'extraction 1 : acétone/solvant de type hexane et agitation 20
10.2.3 Mode opératoire d'extraction 2 : extraction au Soxhlet (échantillons secs) 21
10.2.4 Mode opératoire d'extraction 3 : utilisation d'acétone/éther de pétrole/chlorure de sodium et agitation 21
10.3 Concentration ou dilution 22
10.3.1 Généralités 22
10.3.2 Pour analyse par HPLC 22
10.4 Purification de l'extrait 22
10.4.1 Généralités 22
10.4.2 Purification A – Oxyde d'aluminium 23
10.4.3 Purification B – Gel de silice 24
10.4.4 Purification C – Chromatographie par perméation de gel (résine styrène-divinylbenzène) 24
10.4.5 Purification D – Fractionnement DMF/cyclohexane pour élimination des hydrocarbures aliphatiques 25
10.5 Ajout de l'étalon d'injection 25
10.6 Analyse par chromatographie en phase gazeuse (CG) 25
10.6.1 Analyse par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse 25
10.6.2 Étalonnage de la méthode à l'aide d'un étalon interne 26
10.6.3 Mesurage 27

ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

10.6.4 Identification 28
10.6.5 Vérification des performances de la méthode 28
10.6.6 Calcul 29
10.7 Analyse par chromatographie liquide à haute performance (HPLC) 29
10.7.1 Généralités 29
10.7.2 Séparation chromatographique 29
10.7.3 Détection 30
10.7.4 Étalonnage 31
10.7.5 Mesurage des échantillons 32
10.7.6 Calcul 32

11 Caractéristiques de performance 32

12 Fidélité 33

13 Rapport d'essai 33

Annexe A (informative) Données de répétabilité et de reproductibilité 34
A.1 Matériaux utilisés dans l'étude comparative interlaboratoires 34
A.2 Résultats de l'étude comparative interlaboratoires 34

Annexe B (informative) Exemples de conditions instrumentales et de chromatogrammes 37
B.1 Mesurage de HAP par la méthode CG-SM 37
B.2 Mesurage des HAP par HPLC-détection par fluorescence 43

Bibliographie 48

ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

Avant-propos européen

Le présent document (EN 16181:2018) a été élaboré par le Comité Technique CEN/TC 444 « Méthodes d'essai pour la caractérisation environnementale des matrices solides », dont le secrétariat est tenu par NEN.

Cette Norme européenne devra recevoir le statut de norme nationale, soit par publication d'un texte identique, soit par entérinement, au plus tard en décembre 2018, et toutes les normes nationales en contradiction devront être retirées au plus tard en décembre 2018.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. Le CEN ne saurait être tenu pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

Le présent document remplace la CEN/TS 16181:2013.

Le présent document a été élaboré dans le cadre d'un mandat donné au CEN par la Commission européenne et l'Association européenne de libre-échange.

L'élaboration du présent document par le CEN est fondée sur un mandat de la Commission européenne (Mandat M/330), portant sur l'élaboration de normes relatives à l'échantillonnage et aux méthodes d'analyse des paramètres sanitaires et biologiques, ainsi qu'aux facteurs déterminants inorganiques et organiques, dans le but de rendre ces normes applicables aux boues, aux biodéchets traités et aux sols, pour autant que cela soit réalisable du point de vue technique.

Selon le Règlement Intérieur du CEN-CENELEC les instituts de normalisation nationaux des pays suivants sont tenus de mettre cette Norme européenne en application : Allemagne, Ancienne République Yougoslave de Macédoine, Autriche, Belgique, Bulgarie, Chypre, Croatie, Danemark, Espagne, Estonie, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République Tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Serbie, Slovaquie, Slovénie, Suède, Suisse et Turquie.

ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

Introduction

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) sont très répandus car ils sont rejetés chaque année en quantités appréciables dans l'environnement lors de la combustion de matières organiques comme le charbon, le fioul, l'essence, le bois, les ordures et les matières végétales. Certains de ces composés HAP étant cancérigènes ou mutagènes, leur présence dans l'environnement (air, eau, sol, sédiments et déchets) est régulièrement contrôlée et surveillée. À l'heure actuelle, le dosage des HAP dans ces diverses matrices s'effectue dans la plupart des laboratoires de contrôle en routine, après les étapes préparatoires d'échantillonnage, prétraitement, extraction, purification par mesure de HAP spécifiques par chromatographie en phase gazeuse combinée à la spectrométrie de masse (CG-SM) ou par chromatographie liquide à haute performance (HPLC) combinée à une détection par UV-DAD ou par fluorescence (HPLC-UV-DAD/FLD). Les méthodes CG-SM et HPLC sont incluses dans la présente norme horizontale.

L'utilisation d'étalons internes et d'étalons d'injection est décrite afin de disposer d'un contrôle interne pour l'exécution du mode opératoire d'extraction et de purification. La méthode concorde le plus possible avec la méthode décrite pour les PCBs (voir l'EN 16167).

Le présent document est le résultat d'une étude documentaire « Norme européenne horizontale pour le dosage des HAP dans les boues, les sols et les biodéchets » réalisée dans le cadre du projet « Horizontal ». Son but est d'évaluer les évolutions les plus récentes dans l'évaluation des HAP dans les boues, les sols, les biodéchets traités et les domaines voisins. Après une étude d'évaluation, au cours de laquelle la robustesse de la méthode a été examinée, une validation du projet de norme a eu lieu à l'échelle européenne. Les résultats des recherches documentaires et des études d'évaluation et de validation ont fait l'objet de discussions avec toutes les parties concernées au sein du CEN.

La présente Norme européenne est applicable et validée pour plusieurs types de matrices, tels qu'indiqués dans le Tableau 1 (voir également l'Annexe A pour les résultats de la validation).

Tableau 1 — Matrices pour lesquelles la présente Norme européenne est applicable et validée

Matrice	Matériaux utilisés pour la validation
Boues	Boues de stations d'épuration des eaux urbaines
Biodéchets	Compost frais
Sols	Sols sablonneux

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme européenne connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme européenne n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente norme d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément à la présente Norme européenne soient effectués par du personnel ayant suivi une formation appropriée.

ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

1 Domaine d'application

La présente Norme européenne spécifie le dosage de 16 hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) (voir Tableau 2) dans les boues, les sols et les biodéchets traités, faisant appel à des méthodes CG-SM et HPLC-UV-DAD/FLD couvrant une large gamme de niveaux de contamination par les HAP (voir également l'Annexe B).

L'utilisation d'une méthode de détection fluorimétrique ne permet pas le mesurage de l'acénaphtylène.

Tableau 2 — Hydrocarbures aromatiques polycycliques pouvant être analysés selon la présente Norme européenne

Analyte cible	CAS-RN[a]
Naphtalène	91-20-3
Acénaphtène	83-32-9
Acénaphtylène	208-96-8
Fluorène	86-73-7
Anthracène	120-12-7
Phénanthrène	85-01-8
Fluoranthène	206-44-0
Pyrène	129-00-0
Benzo[*a*]anthracène	56-55-3
Chrysène	218-01-9
Benzo[*b*]fluoranthène	205-99-2
Benzo[*k*]fluoranthène	207-08-9
Benzo[*a*]pyrène	50-32-8
Indéno[*1,2,3-cd*]pyrène	193-39-5
Dibenzo[*a,h*]anthracène	53-70-3
Benzo[*ghi*]pérylène	191-24-2

[a] CAS-RN Numéro d'enregistrement CAS (Chemical Abstracts Service Registry Number).

La limite de détection dépend des composés à analyser, de l'équipement utilisé, de la qualité des réactifs chimiques utilisés pour l'extraction de l'échantillon et la purification de l'extrait.

En général, une limite inférieure d'application de 0,01 mg/kg (exprimée en matière sèche) peut être atteinte pour chacun des HAP. Cela dépend de l'instrument et de l'échantillon.

Les boues, les sols et les biodéchets traités peuvent présenter des propriétés, des niveaux de contamination par les HAP attendus et des substances interférentes différents. En raison de ces différences, il est impossible de décrire un mode opératoire général. La présente Norme européenne contient des tables de décision basées sur les propriétés de l'échantillon ainsi que sur le mode opératoire d'extraction et de purification à utiliser. Deux routes analytiques générales sont suivies : un mode opératoire par agitation ou l'utilisation d'une méthode d'extraction au Soxhlet/par liquide pressurisé.

ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop