



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

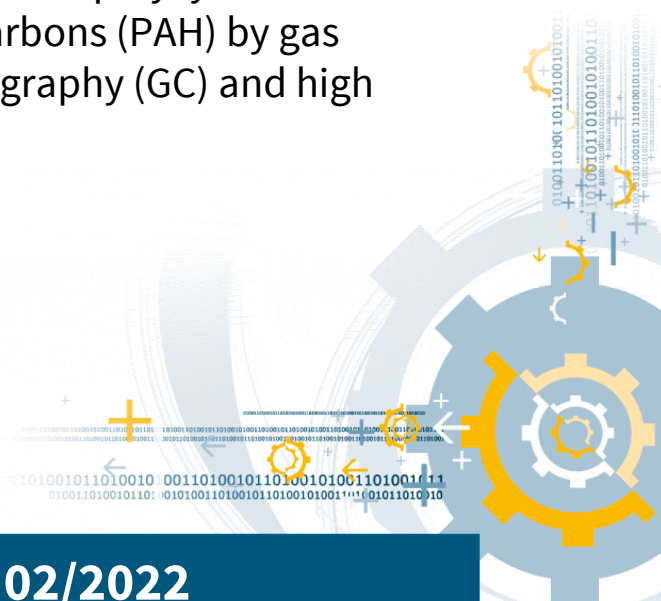
ILNAS-EN 17503:2022

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

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

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

02/2022



Avant-propos national

Cette Norme Européenne EN 17503:2022 a été adoptée comme Norme Luxembourgeoise ILNAS-EN 17503:2022.

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>

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 !

Version Française

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

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

Soil, sludge, treated biowaste and waste -
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 3 janvier 2022.

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, 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 Macédoine du Nord, République de Serbie, République Tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Slovaquie, Slovénie, Suède, Suisse et Turquie.



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

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

Sommaire

	Page
Avant-propos européen	3
Introduction	4
1 Domaine d'application	5
2 Références normatives	6
3 Termes et définitions.....	6
4 Principe.....	8
5 Interférences	8
6 Remarques concernant la sécurité	9
7 Réactifs.....	10
8 Appareillage.....	14
9 Stockage et conservation des échantillons	16
10 Mode opératoire.....	17
11 Caractéristiques de performance.....	32
12 Fidélité	32
13 Rapport d'essai	32
Annexe A (informative) Données de répétabilité et de reproductibilité.....	33
A.1 Matériaux utilisés dans l'étude comparative interlaboratoires	33
A.2 Résultats de l'étude comparative interlaboratoires	34
Annexe B (informative) Exemples de conditions instrumentales et de chromatogrammes.....	41
B.1 Mesurage de HAP par la méthode CG-SM	41
B.2 Mesurage des HAP par HPLC-détection par fluorescence	47
B.3 Exemple de conditions de mesure des HAP par CG-SM/SM	53
Bibliographie	55

Avant-propos européen

Le présent document (EN 17503:2022) 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 août 2022, et toutes les normes nationales en contradiction devront être retirées au plus tard en août 2022.

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 l'EN15527:2008 et l'EN 16181:2018.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve sur le site Web du CEN.

Selon le règlement intérieur du CEN/CENELEC, les organismes de normalisation nationaux des pays suivants sont tenus de mettre cette Norme européenne en application : Allemagne, 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 Macédoine du Nord, République Tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Serbie, Slovaquie, Slovénie, Suède, Suisse et Turquie.

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 prescrites spécifiées d'échantillonnage, de prétraitement, d'extraction et de purification, par mesurage 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.

Le présent document a été préparé par fusion de l'EN 16181:2018, initialement élaborée en tant que Spécification technique du CEN dans le cadre du Projet européen « HORIZONTAL » et validée par le CEN/TC 400 avec l'appui du BAM (l'Institut allemand de recherche et d'essai sur les matériaux), et de l'EN 15527, publiée par le CEN/TC 292.

Au vu de la diversité des matrices et des composés interférents potentiels, le présent document ne spécifie pas qu'une seule façon possible de procéder. Plusieurs options sont possibles, notamment en ce qui concerne la purification. Une quantification combinant les techniques CG-SM et HPLC-DAD-UV/FLD est possible. Quatre modes opératoires d'extraction différents et trois modes opératoires de purification différents sont décrits. L'utilisation d'étalons internes et d'étalons d'injection est décrite afin de disposer d'un contrôle interne pour le choix du mode opératoire d'extraction et de purification. La méthode est calquée autant que possible sur la méthode décrite pour les polychlorobiphényles (PCB) dans l'EN 17322. La robustesse de la méthode a été évaluée.

Le présent document est applicable et validé pour plusieurs types de matrices, lesquels sont indiqués dans le Tableau 1 (voir également Annexe A pour les résultats de la validation).

Tableau 1 — Matrices pour lesquelles le document est applicable et validé

Matrice	Matériaux utilisés pour la validation
Sols	Sols sablonneux Mélange d'un sol issu d'une zone industrielle du Brandebourg, Allemagne, et d'un sol de référence allemand exempt de HAP
Boues	Mélange de boues provenant de stations d'épuration des eaux urbaines implantées autour de Berlin, Allemagne
Biodéchets	Mélange de compost des environs de Berlin, Allemagne
Déchets	Sol contaminé, débris de matériaux de construction, déchets de bois, goudron pour toitures, fraction légère de broyage

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document 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 du présent document 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.

AVERTISSEMENT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément au présent document soient effectués par du personnel ayant suivi une formation appropriée.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie différentes méthodes de dosage de 16 hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) (voir Tableau 2) dans les sols, les boues, les biodéchets traités et les déchets faisant appel à des méthodes CG-SM ou HPLC-UV-DAD/FLD couvrant une large gamme de niveaux de contamination par les HAP (voir Tableau 2).

NOTE La méthode peut être appliquée aux sédiments sous réserve que l'utilisateur ait démontré la validité.

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

Tableau 2 — Analytes cibles du présent document

Analyte cible	CAS-RN ^a
Naphtalène	91-20-3
Acénaphène	83-32-9
Acénaphthylène	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- <i>cd</i>]pyrène	193-39-5
Dibenzo[a,h]anthracène	53-70-3
Benzo[ghi]pérylène	191-24-2
^a CAS-RN : numéro de registre du Chemical Abstract Service (CAS).	

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.

Dans les conditions spécifiées dans le présent document, la limite inférieure d'application allant de 10 µg/kg (exprimée par rapport à la matière sèche) pour les sols, boues et biodéchets jusqu'à 100 µg/kg (exprimée par rapport à la matière sèche) pour les déchets solides peut être atteinte. Pour certains échantillons particuliers (bitume, par exemple), la limite de 100 µg/kg ne peut pas être atteinte.

Les boues, les déchets et les biodéchets traités peuvent présenter des propriétés, des niveaux de contamination différents par les HAP attendus et des substances interférentes. En raison de ces différences, il est impossible de décrire un mode opératoire général. Le présent document 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.

La méthode peut être appliquée à l'analyse d'autres HAP non spécifiés dans le domaine d'application, à condition que son adéquation ait été prouvée par des expériences de validation interne.

L'échantillonnage n'est pas couvert par la présente norme. Selon le type de matériau, il est nécessaire de prendre en compte par exemple les normes suivantes : l'EN 14899, l'ISO 5667-12 et l'EN ISO 5667-13.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

EN 15002, *Caractérisation des déchets — Préparation de prises d'essai à partir de l'échantillon pour laboratoire.*

EN 15934, *Boues, bio-déchets traités, sols et déchets — Calcul de la teneur en matière sèche par détermination du résidu sec ou de la teneur en eau.*

EN 16179, *Boues, bio-déchets traités et sols — Lignes directrices pour le prétraitement des échantillons.*

EN ISO 5667-15, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 15 : Lignes directrices pour la conservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments (ISO 5667-15).*

EN ISO 16720, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons par lyophilisation pour analyse subséquente (ISO 16720).*

EN ISO 22892, *Qualité du sol — Lignes directrices pour l'identification de composés cibles par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (ISO 22892).*

ISO 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse — Partie 1 : Fonction linéaire d'étalonnage.*

3 Termes et définitions

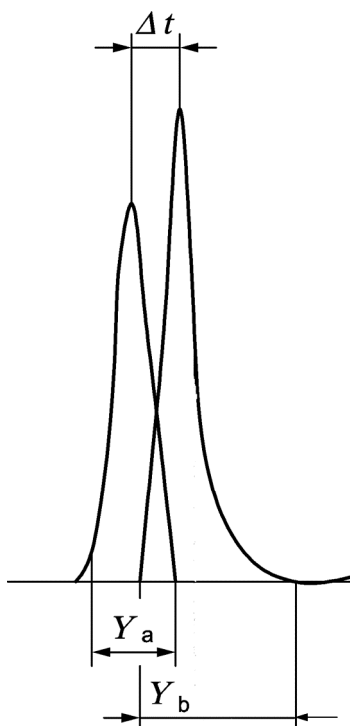
Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes :

- IEC Electropedia : disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/> ;
- ISO Online browsing platform : disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>.

3.1
paire critique
paire de HAP qui sont séparés à un degré prédéfini (par exemple, $R = 0,5$) afin de garantir que la séparation chromatographique répond à des critères minimaux de qualité

EXEMPLE La Figure 1 présente un exemple de chromatogramme d'une paire critique.



$$R = 2 \times \frac{\Delta t}{Y_a + Y_b} \quad (1)$$

où :

- R séparation de pics
- Δt écart, en secondes (s), entre les temps de rétention des deux pics a et b
- Y_a largeur du pic a , en secondes (s), à sa base
- Y_b largeur du pic b , en secondes (s), à sa base

Figure 1 — Exemple de chromatogramme d'une paire critique

3.2

étalon interne

composé ajouté dans une quantité connue à l'échantillon dès le début du protocole, qui permet de couvrir l'analyse tout au long du mode opératoire et qui est utilisé pour corriger les pertes observées pendant la préparation et l'analyse de l'échantillon en tenant compte de tous les effets de matrice du système (taux de récupération, effet d'ionisation, variabilité de la réponse du détecteur de l'instrument par exemple)

Note 1 à l'article : HAP marqué en une forme isotopique, le plus souvent deutéré et HAP natif dont la présence dans l'échantillon est peu probable.

[SOURCE : EN ISO 21253-2:2019, 3.10]

3.3

étalon d'injection

mélange étalon, ajouté à un échantillon avant son injection dans l'appareil de CG-SM, afin de surveiller la variabilité de la réponse de l'instrument et de calculer le taux de récupération des étalons internes

[SOURCE : ISO 28540:2011, 3.4]