
**Qualité du sol — Dosage
des hydrocarbures aromatiques
polycycliques — Méthode
par chromatographie en phase liquide
à haute performance**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Soil quality — Determination of polynuclear aromatic hydrocarbons —
Method using high-performance liquid chromatography*
(standards.iteh.ai)

ISO 13877:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b78f0d2b-dfd2-442f-9d7e-5b6ad7284a1f/iso-13877-1998>



Sommaire

1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Principe	2
4	Appareillage	2
5	Réactifs	3
6	Échantillonnage, conservation et prétraitement des échantillons	5
7	Mode opératoire	5
8	Calcul	11
9	Caractéristiques de performance	11
10	Rapport d'essai	14
Annexe A (informative)	Longueurs d'onde pour la détection UV et la détection fluorimétrique	15
Bibliographie		16

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13877:1998

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/13877-1998/5b6ad7284a1f/iso-13877-1998

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 13877 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13877:1998
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b78f0d2b-dfd2-442f-9d7e-5b6ad7284a1f/iso-13877-1998>

Introduction

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) peuvent être produits lors du traitement de matières organiques dans des conditions pyrolytiques. On entend par pyrolyse tout chauffage ou combustion incomplète de matières organiques en milieu déficitaire en oxygène. En plus de ces HAP, d'autres substances, présentant des masses moléculaires diverses, sont également formées, certaines d'entre elles ne pouvant pas être vaporisées sans décomposition.

Les HAP sont présents à l'état diffus dans le sol à des concentrations situées entre 1 µg/kg et 10 µg/kg pour chacun de leurs constituants. En ce qui concerne les sols supportant des activités humaines (industries, trafic, etc.), il est possible d'observer des concentrations situées entre 1 mg/kg et 10 mg/kg pour chacun des constituants. Les sols prélevés sur des sites industriels (abandonnés) peuvent présenter des concentrations de plusieurs centaines de milligrammes par kilogramme par composant.

Les HAP ne sont ni très volatils, ni très solubles dans l'eau. Ils sont adsorbés sur la plupart des surfaces solides et offrent une grande affinité avec les matières organiques. En conséquence, les HAP peuvent se présenter sous divers aspects, c'est-à-dire sous forme de fine couche plus ou moins homogène ou de particules infimes, ainsi que sous forme liquide.

La première situation possible concerne les zones peu ou non polluées. Selon le type de sol, ils peuvent se présenter sous forme de couche monomoléculaire à la surface des particules. En cas de sols argileux, les HAP peuvent également être intégrés à l'intérieur d'agrégats.

La seconde situation possible concerne fréquemment les zones plus fortement polluées. Dans ce cas, les HAP peuvent être présents dans les particules de poussière, de suie ou de goudron.

Ces différences de formes et de concentrations rendent impossible, pour l'instant, la préparation d'une méthode unique valable pour toutes les applications. Bien que la chromatographie en phase liquide à haute performance soit utilisée pour déterminer la présence d'HAP après extraction, il est nécessaire de recourir à différentes approches pour procéder à l'extraction et/ou la concentration et/ou la purification.

La présente Norme internationale décrit deux méthodes différentes, A et B.

En ce qui concerne les sols peu ou non pollués («domaine des mg/kg»), il s'avère primordial que le produit d'extraction soit capable de briser les agrégats et permette un contact intensif entre le solvant et les particules. Ceci peut être obtenu par l'utilisation d'un solvant d'extraction polaire, tel que l'acétone en combinaison avec une agitation mécanique (méthode A).

En ce qui concerne les sols plus fortement pollués («domaine des mg/kg»), il est nécessaire d'utiliser un solvant d'extraction présentant une polarité moins importante, afin de dissoudre les HAP des particules de suie ou de goudron. Bien que le benzène, substance hautement toxique, demeure le produit d'extraction le plus performant, il est prescrit, pour des raisons de moindre toxicité, d'utiliser du toluène, en combinaison avec une extraction totale de type Soxhlet (méthode B).

Ces deux méthodes peuvent s'appliquer à toutes les plages de concentration. Cependant, l'extraction par acétone pour les sols hautement contaminés et par toluène pour les sols peu pollués peut donner des résultats peu satisfaisants. Il convient de choisir la méthode la plus appropriée en se basant sur les concentrations présumées d'HAP et sur le mode prévu d'adsorption et de diffusion dans le sol.

Dans la littérature, des expériences utilisant des solvants différents et/ou des techniques d'extraction différentes sont rapportées. Des solvants tels que l'hexane, le cyclohexane, le chlorure de méthyle, l'acétonitrile ou le

tétrahydrofurane sont utilisés. D'autres techniques d'extraction, telles que les ultrasons ou l'extraction par fluide supercritique (SFE) sont appliquées. Les résultats obtenus sont souvent comparables à ceux obtenus avec les méthodes données dans la présente Norme internationale. Cependant, l'utilisation de procédures non décrites dans la présente Norme internationale n'est pas couverte et leurs utilisateurs ne doivent pas, dans ce cas, se référer à la présente Norme internationale.

Il est préférable, avant de commencer l'analyse des HAP en laboratoire, d'obtenir l'approbation des autorités responsables en matière de santé publique concernant la conformité des installations. Il est suggéré de familiariser le personnel aux techniques à utiliser à l'aide d'un HAP non cancérigène, tel que le fluoranthène. Les généralités relatives aux techniques de manipulation des matières dangereuses ont été présentées par ailleurs, voir les références [1], [2], [3] et [4]; il convient d'étudier ces publications ou leur équivalent avant de manipuler les HAP.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13877:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b78f0d2b-dfd2-442f-9d7e-5b6ad7284a1f/iso-13877-1998>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13877:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b78f0d2b-dfd2-442f-9d7e-5b6ad7284a1f/iso-13877-1998>

Qualité du sol — Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques — Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance

AVERTISSEMENT — Certains HAP sont extrêmement cancérigènes; les manipuler avec la plus grande précaution. Éviter tout contact corporel avec des substances solides, des extraits de solvants et des solutions étalon de HAP. Il peut intervenir une réaction de distillation lorsque les HAP entrent en contact avec des solvants et ils peuvent alors se déposer à l'extérieur des flacons bouchés à l'émeri. En conséquence, manipuler les conteneurs remplis de solutions d'HAP dans des solvants avec des gants résistants aux solvants, de préférence jetables. Il convient de placer les récipients contenant des solutions de HAP en position verticale dans des béciers afin d'éviter la dispersion de ces solutions en cas de bris. Il est possible de détecter la contamination de récipients par des HAP à l'aide d'une source UV à 366 nm.

Les HAP solides sont extrêmement dangereux en raison du risque de dispersion des poudres par effet électrostatique. Ne manipuler ces substances que si l'on dispose du matériel adéquat, tel que des hottes aspirantes, des vêtements de protection, des masques à poussière, etc. Il est vivement recommandé de centraliser la préparation des solutions étalons dans des laboratoires disposant d'un équipement adapté ou de se procurer lesdites solutions auprès de fournisseurs spécialisés dans leur préparation.

Éliminer les solutions avec solvants contenant des HAP conformément aux prescriptions concernant les déchets toxiques.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit deux méthodes permettant de déterminer de manière quantitative la présence d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans le sol.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage.*

ISO 8466-2, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 2: Stratégie d'étalonnage pour fonctions d'étalonnage non linéaires du second degré.*

ISO 10381-5, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 5: Lignes directrices concernant l'investigation relative à la contamination du sol des sites urbains et industriels.*

ISO 11464, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques.*

ISO 11465, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique.*

ISO 14507, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour la détermination des contaminants organiques.*

3 Principe

Le sol est extrait avec de l'acétone sans séchage (méthode A) ou avec du toluène après séchage (méthode B).

NOTE 1 Lors de l'application de la méthode B, des pertes de naphthalène peuvent intervenir lors du séchage du sol à l'air.

L'analyse de l'extrait est réalisée par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP), en utilisant des détecteurs ultraviolets à longueurs d'onde variables ou des détecteurs fluorimétriques à longueurs d'onde d'excitation et d'émission variables. L'évaluation quantitative est effectuée en enregistrant les signaux provenant des détecteurs (aire ou hauteur de pic) par la méthode de l'étalonnage externe.

Seize composants, énumérés en 5.11, peuvent être déterminés (HAP appelés polluants prioritaires pour l'EPA [5]). Pour les autres HAP, la méthode reste à être validée.

NOTE 2 L'utilisation de la détection par fluorimétrie ne permet pas le mesurage de l'acénaphthylène.

4 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.1 Généralités

4.1.1 **Balance pour analyse**, d'une précision de 0,01 g.

4.1.2 **Balance pour analyse**, d'une précision de 0,01 mg.

NOTE Il convient d'utiliser cette balance uniquement pour la préparation des étalons.

4.1.3 **Étuve de séchage**, conforme à l'ISO 11465.

4.2 Appareillage pour la préparation des échantillons (Méthode A)

4.2.1 **Fiolle conique**, d'une capacité de 500 ml.

4.2.2 **Ampoule à décantation**, d'une capacité de 1000 ml.

4.2.3 **Agitateur**, imprimant un mouvement horizontal pouvant aller jusqu'à 200 agitations par minute.

4.2.4 **Dispositif de concentration**, par exemple Kuderna-Danish ou évaporateur rotatif.

4.2.5 **Bain-marie**, à température réglable pouvant atteindre 100 °C.

4.2.6 **Colonne de chromatographie**, pour la purification, d'un diamètre interne de 1 cm.

4.3 Appareillage pour la préparation des échantillons (Méthode B)

4.3.1 **Appareil de Soxhlet**, d'une capacité d'environ 30 ml, avec cartouches d'extraction en cellulose ou en fibre de verre, un ballon d'une capacité de 100 ml et un condenseur à reflux.

NOTE Si une valeur à blanc ne peut être exclue, il convient de nettoyer les cartouches avec du toluène avant utilisation.

4.3.2 **Fioles jaugées**, d'une capacité nominale de 50 ml et 100 ml.

4.4 Appareillage pour analyse

4.4.1 Chromatographe en phase liquide à haute performance, équipé, selon les exigences, soit d'un système de détection par spectrophotométrie ultraviolette (avec des longueurs d'onde variables), soit d'un système de détection fluorimétrique à longueurs d'onde d'excitation et d'émission variables. Si la détection fluorimétrique est utilisée, le dégazage de la phase mobile (élimination de l'oxygène résiduel) est nécessaire (par exemple avec de l'hélium).

4.4.2 Colonne de séparation avec une colonne de garde, remplie de phase fonctionnant en mode inverse pour l'analyse des HAP.

NOTE Lors d'une analyse de sol, l'utilisation d'une colonne de garde s'avère utile pour allonger la durée de vie de la colonne d'analyse.

4.4.3 Dispositif d'enregistrement des données, intégrateur-calculateur ou micro-ordinateur, avec logiciel permettant le traitement des données chromatographiques.

5 Réactifs

5.1 Généralités

Les réactifs et substances chimiques respectant les exigences liées à l'analyse des résidus et ne contenant pas d'HAP conviennent pour la préparation des échantillons. Des valeurs de blanc doivent être déterminées périodiquement, généralement après introduction de nouveaux lots, afin de vérifier la pureté des substances chimiques. Des lots de solvants contenant des HAP doivent être remplacés par des lots exempts d'HAP ou doivent être purifiés avant utilisation par distillation (par exemple dans une colonne de Vigreux de 1 m de longueur).

5.2 Acétone, qualité pour analyses ou qualité pour l'analyse des résidus (A).

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b78f0d2b-dfd2-442f-9d7e-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b78f0d2b-dfd2-442f-9d7e-5b6c1728165a/iso-13877-1998)

5.3 Éther de pétrole (intervalle d'ébullition compris entre 40 °C et 60 °C), qualité pour analyses ou qualité pour l'analyse des résidus (A).

5.4 Toluène, qualité pour analyses ou qualité pour l'analyse des résidus (A).

5.5 Sulfate de sodium (anhydre), qualité pour analyses.

5.6 Oxyde d'aluminium, basique ou neutre, d'une aire spécifique de 200 m²/g, activité super I selon Brockmann.

5.7 Méthanol ou acétonitrile, d'une pureté adaptée à la chromatographie en phase liquide à haute performance.

5.8 Eau

5.8.1 Pour l'extraction (A): **eau bidistillée ou désionisée**.

5.8.2 Pour la phase mobile de la chromatographie en phase liquide à haute performance: **eau ultrapure** (qualité adaptée à la chromatographie en phase liquide à haute performance).

5.9 Hélium, d'une pureté convenant au dégazage des solvants (voir 4.4.1).

5.10 Azote, d'une pureté convenant pour la réduction des volumes de solvant.

NOTE Il convient de vérifier qu'aucune impureté n'est introduite, par exemple en provenance des tuyauteries en plastique.

5.11 Substances de référence

NOTE Les substances de référence et les solutions étalons d'HAP sont disponibles auprès d'un nombre limité de fournisseurs.¹⁾

N°	Substances	N° CAS
1	Naphtalène	91-20-3
2	Acénaphthylène	208-96-8
3	Acénaphène	83-32-9
4	Fluorène	86-73-7
5	Phénanthrène	85-01-8
6	Anthracène	120-12-7
7	Fluoranthène	206-44-0
8	Pyrène	129-00-0
9	Benzo[a]anthracène	56-55-3
10	Chrysène	218-01-9
11	Benzo[b]fluoranthène	205-99-2
12	Benzo[k]fluoranthène	207-08-9
13	Benzo[a]pyrène	50-32-8
14	Dibenzo[ah]anthracène	53-70-3
15	Benzo[ghi]pérylène	191-24-2
16	Indéno[1,2,3-cd]pyrène	193-39-5

5.12 Solutions étalons

ISO 13877:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b78f0d2b-dfd2-442f-9d7e-5b6d7294-1fisc/iso-13877-1998>

AVERTISSEMENT — Ne pas procéder à la préparation des solutions étalons d'HAP à partir de substances solides à moins de disposer d'un équipement respectant toutes les règles de sécurité. Utiliser les techniques de manipulation adaptées.

Prélever approximativement 5 mg de chacune des substances de référence (5.11), avec une précision de 0,01 mg, et disposer dans une fiole jaugée d'une capacité de 100 ml. Compléter avec du méthanol ou de l'acétonitrile (5.7) jusqu'au repère. À partir de cette solution mère, prélever 1 ml à l'aide de pipettes étalonnées ayant une précision de 1 %, et introduire dans une ampoule pouvant être scellée par fusion. Après refroidissement de la prise d'essai avec l'azote liquide, sceller l'ampoule par fusion. Stocker l'ampoule dans un réfrigérateur antidéflagrant; ainsi conservé, le contenu reste stable pendant au moins 1 an.

Pour préparer une solution étalon, transférer le contenu d'une ampoule dans une fiole jaugée d'une capacité de 100 ml et compléter avec de l'acétonitrile (méthode A) ou du toluène (méthode B). Dans le cas d'un sol présentant de très faibles concentrations d'HAP et d'utilisation d'un système de détection fluorimétrique, préparer la solution étalon avec de l'acétonitrile et diluer encore avec un rapport de 1 à 10.

NOTE Il est recommandé d'utiliser des solutions étalons du commerce à moins que le laboratoire possède une grande expérience de la manipulation des substances dangereuses.

¹⁾ Des étalons certifiés peuvent être obtenus auprès de:

Institut de mesure et de matériaux de référence (IRMM), Reliesweg, B-2440 Geel, Belgique.

National Institute for Science and Technology, Office of Standard Ref. Data, Washington, D.C. 20234 USA.

D'autres sources convenables d'approvisionnement peuvent exister. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande de manière exclusive les fournisseurs cités.

5.13 Solutions étalons préparées commercialement

Les solutions mères, par exemple d'acétonitrile, sont disponibles dans le commerce. Leur utilisation est vivement recommandée.

Pour préparer la solution d'étalonnage, diluer la solution mère selon 5.12.

6 Échantillonnage, conservation et prétraitement des échantillons

L'échantillonnage doit être réalisé conformément à l'ISO 10381-5, de concert avec le laboratoire d'analyse. Stocker les sols prélevés dans des conteneurs qui n'influent pas sur la teneur en HAP des échantillons (par exemple verre ou métal). La masse des échantillons doit être comprise entre 500 g et 1000 g.

NOTE 1 Il convient de fournir avec les échantillons un rapport d'échantillonnage détaillé.

Des informations plus précises sur la conservation des échantillons et leur prétraitement peuvent être obtenus dans l'ISO 14507.

Il est recommandé de séparer et de peser les pierres et les autres matériaux d'une taille supérieure à 10 mm qui, de toute évidence, ne sont pas contaminés et d'enregistrer les résultats de cette pesée. La taille des particules plus grosses supposées contaminées doit être réduite, et ces particules doivent être analysées séparément ou ensemble avec les échantillons plus fins. Dans le rapport d'essai, spécifier le mode opératoire suivi afin de connaître avec certitude l'état initial des échantillons et de savoir à quels échantillons les résultats de l'analyse correspondent.

Pour minimiser l'altération, les échantillons doivent être conservés dans l'obscurité et de préférence au frais (par exemple $4\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$).

NOTE 2 Il convient d'analyser les échantillons aussi rapidement que possible. Une dégradation microbienne peut intervenir, particulièrement lors d'une analyse de sols agricoles. ISO 13877:1998

Si la méthode B est utilisée, sécher les échantillons à l'air avant l'analyse, conformément à l'ISO 11464.

Si les sols ont tendance à s'agglomérer lors du séchage, ils doivent être de nouveau concassés dans un mortier.

Tamiser les échantillons jusqu'à une classe granulométrique de 2 mm, conformément à l'ISO 11464. Déterminer et enregistrer les pourcentages en masse des fractions < 2 mm et > 2 mm.

NOTE 3 L'utilisation d'un appareillage de criblage s'avère utile.

Prélever un sous-échantillon à partir de la fraction < 2 mm, conformément à l'ISO 11464.

Si les sols présentent une teneur importante en matériaux d'origine industrielle (par exemple cendres, briques) ou si ces matériaux doivent être analysés, concasser l'ensemble de l'échantillon pour obtenir des particules < 2 mm. Ce mode opératoire est généralement choisi lorsque des sols provenant de friches industrielles doivent être examinés.

7 Mode opératoire

7.1 Méthode d'extraction A: Sols peu ou non pollués

7.1.1 Mode opératoire d'extraction

Prélever environ 20 g de sol (4.2.1) avec une précision de 0,1 g et placer cette prise d'essai dans une fiole conique d'une capacité de 500 ml. Ajouter 200 ml d'acétone et fermer le conteneur. Agiter vigoureusement à l'aide d'un agitateur mécanique (4.2.3) pendant 15 min.

Ajouter 100 ml d'éther de pétrole au mélange sol-acétone et agiter de nouveau pendant 15 min.