



MINISTÈRE
DE LA TRANSITION
ÉCOLOGIQUE
ET SOLIDAIRE

Journée technique d'information et de retour d'expérience de la gestion des sites et sols pollués

Lundi 19 novembre 2018

Organisée par l'INERIS et le BRGM, en concertation
avec le Ministère de la Transition
Ecologique et Solidaire

Présentation de travaux menés en GT Résultats de l'essai interlaboratoire sur l'analyse des hydrocarbures dans les sols

***Laurence Amalric
BRGM***



Constat : absence d'essai interlaboratoires (EIL) pour la quasi-totalité des composés à rechercher en contexte SSP dans les sols

Conséquences : du côté des laboratoires, impossibilité d'évaluer ses méthodes et ses performances ; du côté des donneurs d'ordre méconnaissance de la fiabilité des résultats en contexte SSP

Organisation d'un essai interlaboratoires pour l'analyse des hydrocarbures C10-C40 et des coupes aromatiques et aliphatiques, dans les sols

- national : pas d'EIL proposé par les OCILs Aglae et Bipea
- International : EIL proposé par LGC (UK)

EIL (EN ISO/CEI 17043) : Organisation, exécution et évaluation de mesurages ou d'essais sur la même entité ou des entités similaires par deux laboratoires ou plus selon des conditions prédéterminées.

Le laboratoire obtient une évaluation de sa performance permettant l'amélioration de la confiance de ses clients, l'identification de problèmes au sein du laboratoire, la comparabilité des méthodes, la validation des incertitudes revendiquées, et la formation du personnel.

Constitution de l'essai interlaboratoires

- 3 échantillons de sols contenant des HC de C₁₀ à C₄₀
- de teneurs différentes 550, 960 et 3350 mg/kg
 - dont 1 sol de référence certifié pour l'indice hydrocarbure C₁₀-C₄₀, pour appréhender la justesse
 - dont 1 sol issu de l'EIL LGC, pour connaître la situation internationale et le positionnement des laboratoires du GT
 - 3 dates différentes

Analyse des sols en application de la norme XP CEN ISO/TS 16558-2 (2016)

- pour les HC C₁₀ à C₄₀
- pour les coupes aliphatiques et aromatiques C₁₀-C₁₂, C₁₂-C₁₆, C₁₆-C₂₁, C₂₁-C₃₅, C₃₅-C₄₀



XP CEN ISO/TS 16558-2 Qualité du sol – Hydrocarbures de pétrole à risque – Partie 2: détermination des fractions aliphatiques et aromatiques des hydrocarbures de pétrole semi-volatils par chromatographie en phase gazeuse avec détection à ionisation de flamme (GC-FID), 2016

Fiabilité des données pour l'analyse des HCT dans les sols

Dispersion des résultats de l'ordre de 30%

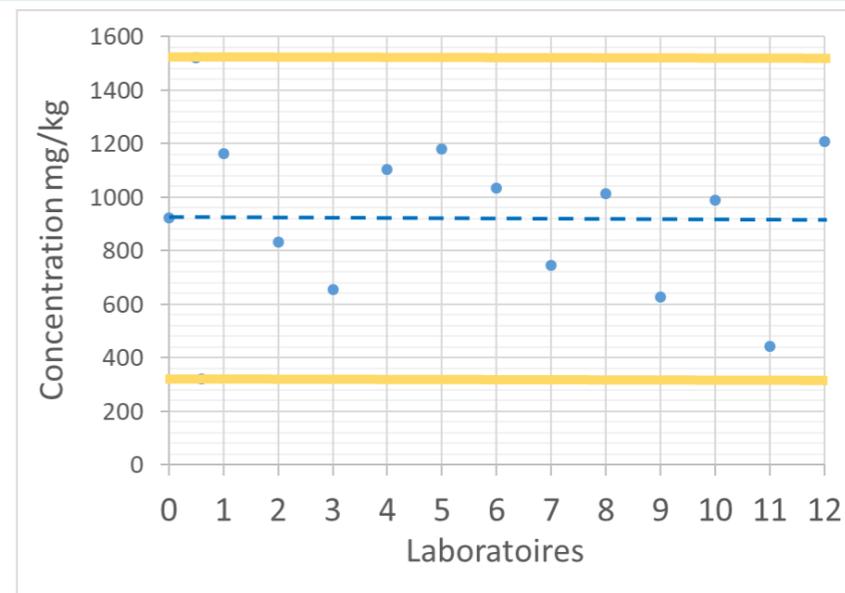
- 29 % avec le sol LGC à 550 mg/kg (42 participants)
- 29 % avec le sol à 960 mg/kg (12 participants)
- 32 % avec le sol certifié à 3560 mg/kg (6 participants)

Cette dispersion peut paraître élevée du point de vue du donneur d'ordre :

exemple du sol à 960 mg/kg : moyenne à 923 mg/kg

- les 12 résultats transmis, de 442 à 1207 mg/kg sont considérés comme équivalents
- la gamme de résultats considérés comme équivalents s'étend de 333 à 1513 mg/kg.

Cependant c'est un niveau de dispersion classiquement rencontré dans les EIL pour les polluants organiques (non volatils) dans les matrices environnementales.



Fiabilité des données pour l'analyse des HCT dans les sols

Justesse : avec le MRC pour l'indice HCT, 3560 ± 260 mg/kg (7%)

6 laboratoires participants

- 2 sur 6 (33%) retrouvent la valeur de référence à cette incertitude près
- 4 sur 6 présentent un écart $\leq 10\%$
- 5 sur 6 (83%) présentent un écart $\leq 25\%$
- 1 laboratoire présente un écart de 50%



Federal Institute for
Materials Research
and Testing

12200 Berlin
Germany
phone: +49 30 8104-0
fax: +49 30 8112029
e-mail: info@bam.de
internet: www.bam.de

	mg/kg
Labo-1	3918
Labo-3	3801
Labo-4	3550
Labo-2	2800
Labo-5	2680
Labo-6	1668

Fiabilité des données pour l'analyse des HCT dans les sols

Essai international à 550 mg/kg

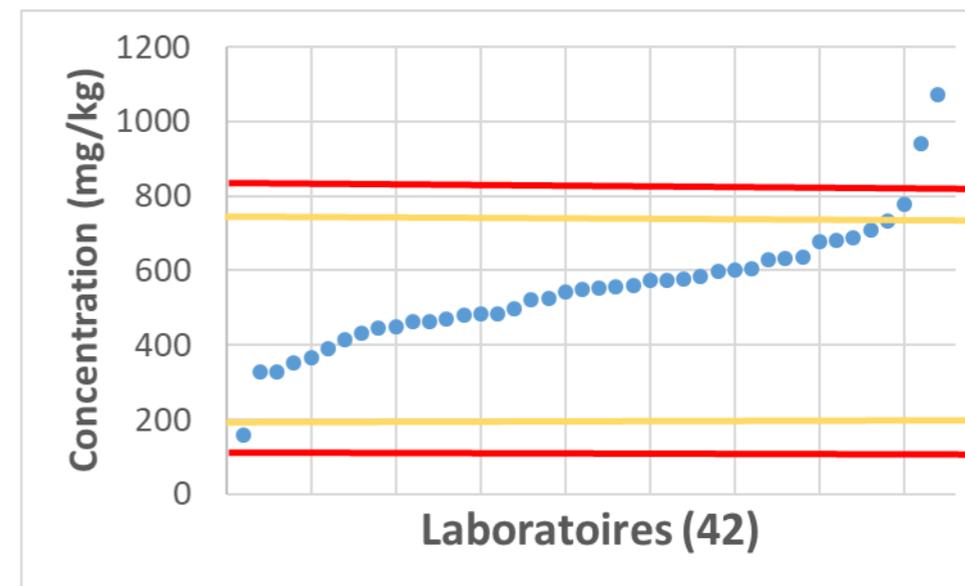
- résultats de 330 à 770 mg/kg sont équivalents
- 2 laboratoires « non conforme » sur les 42 (7 %)
- 2 laboratoires « à surveiller » sur les 42

Parmi les 5 laboratoires du GT

- dispersion identique de 30%

	mg/kg	mg/kg
Labo4	485	485
Labo2	556	556
Labo1	578	578
Labo3	630	630
Labo5	940	730
CV robuste	30%	17%

- avec 1 laboratoire qui présente un résultat non conforme à 940 mg/kg
- après application du protocole de purification au Florisil®, le résultat est conforme avec 730 mg/kg (la dispersion est alors de 17%)



Fiabilité des données pour l'analyse des coupes aliphatiques et aromatiques C₁₀-C₁₂, C₁₂-C₁₆, C₁₆-C₂₁, C₂₁-C₃₅, C₃₅-C₄₀

Au niveau européen

	Fractions aliphatiques					Fractions aromatiques				
	C10-<C12	C12-<C16	C16-<C21	C21-C35	C35-<C40	C10-<C12	C12-<C16	C16-<C21	C21-C35	C35-<C40
Nb	19	20	20	20	16	19	20	20	20	16
Nb labo	19	20	17	19	13	19	20	18	19	11
Cmédiante	-	-	16 mg/kg	320 mg/kg	18 mg/kg	-	-	13 mg/kg	89 mg/kg	8 mg/kg
Dispersion	-	-	24%	23%	37%	-	-	35%	42%	38%
Tolérance mg/kg	< LQ	< LQ	8 à 24	173 à 467	5 à 31	< LQ	< LQ	4 à 22	14 à 164	2 à 14
Non conformes			2	2	4			4	3	0

- analyses réalisées par un nombre de laboratoires plus faible (42 ↓ 20 max)
- proportion de valeurs aberrantes importante (0/42 ↑ 5/16)
- dispersions de 23 à 42% selon les coupes (pas selon les niveaux de concentration)
- proportion de laboratoires non conformes plus élevée (7% ↑ 25%)

Fiabilité des données pour l'analyse des coupes aliphatiques et aromatiques C₁₀-C₁₂, C₁₂-C₁₆, C₁₆-C₂₁, C₂₁-C₃₅, C₃₅-C₄₀

Au niveau du GT, sur l'ensemble des 3 sols

Fractions aliphatiques					Fractions aromatiques				
C10-<C12	C12-<C16	C16-<C21	C21-C35	C35-<C40	C10-<C12	C12-<C16	C16-<C21	C21-C35	C35-<C40
<10	<10	25	363	28	<10	<10	11	72	<10
<10	<10	16	398	23	<10	<10	15	89	<10
<5	<5	21	299	21	<5	<5	12	81	6
18	59	100	830	47	<10	<10	10	22	<10
<10	137	562	1895	192	<10	<10	25	129	16
<10	190	628	2286	146	<10	33	175	323	19
<10	103	345	1295	86	<10	42	145	525	62
<50	324	895	2450	155	<50	<50	<140	<260	<50
27	135	174	251	<10	<10	<10	12	16	<10
42	226	277	477	<10	14	56	29	14	<10
15	63	98	182	<10	<10	27	21	33	10
131	280	343	368	<20	44	74	29	21	<20
34	177	249	408	<5	11	76	59	<15	<10
20	133	164	239	<3	9	43	17	<3	<3

- répétabilité intra laboratoire correcte => quand il y a un écart, du à l'effet
- facteur 2 à 7 entre les résultats des laboratoires, selon les coupes

Conclusions - au niveau des méthodes

Mise en évidence d'une interprétation différente de la norme XPCEN ISO/TS 16558-2 pour la mesure des HC C10-C40 en ce qui concerne l'application d'une étape de purification au Florisil®

=> demande de clarification adressée à l'AFNOR et commentaires transmis à l'ISO pour la révision de la norme

Mise en évidence de pratiques différentes pour la séparation des coupes aliphatiques et aromatiques malgré les consignes claires de 16558-2 (1/3 des laboratoires appliquent strictement la norme)

Or, cette séparation est reconnue comme étant une étape délicate puisqu'une modification du volume ou du nombre d'élutions peut modifier les résultats.

Conclusions

Pas de difficulté particulière pour l'analyse des hydrocarbures totaux C10-C40, si le protocole appliqué est identique en ce qui concerne l'étape de purification.

Difficultés/écarts pour les résultats des coupes aliphatiques et aromatiques

⇒ Il est proposé de travailler sur ce point en 2019 au sein du GT Laboratoires

Nécessité de préciser ce qui doit être recherché en fonction du besoin :

- ce qu'on appelle communément l'indice hydrocarbures totaux C10-C40
- les teneurs des différentes coupes aliphatiques et aromatiques

**Indice HCT
(C10-C40)**

NF EN ISO 16703

purification au Florisil®

Coupes aliphatiques/aromatiques

C10-C12 C12-C16 C16-C21 C21-C35 C35-C4

XP CEN ISO/TS 16558-2

Indice HCT \neq \sum coupes (aliphatiques et aromatiques)