

Liège, le 26 juin 2023

Mission de Laboratoire de Référence en matière de sol

ETABLISSEMENT D'UN PROTOCOLE DE SÉLECTION DES MÉTHODES ANALYTIQUES DES POLLUANTS NON-NORMÉS (VERSION 2 – JUIN 2023)

Rapport N° : 2023-02063

Ce rapport contient 8 pages

PREAMBULE

Cette procédure vise à définir le protocole de sélection des méthodes analytiques conseillées pour le dosage des polluants non normés dans les sols et dans les eaux.

	Rédaction	Vérification	Approbation
Nom	Damien Gillard	Xavier Veithen	Laurence Haouche
Qualité	Attaché, Lic. Sc. Chimiques	Responsable du Laboratoire de Référence	Directrice a.i. Direction des Laboratoires d'Analyse.
Visa			

TABLE DES MATIÈRES

1	Sélection des méthodes analytiques pour le dosage d'un polluant non normé dans les sols-----	3
2	Sélection des méthodes analytiques pour le dosage d'un polluant non normé dans les eaux ---	5
3	Calcul des sommes -----	7
4	Références-----	8

1 SÉLECTION DES MÉTHODES ANALYTIQUES POUR LE DOSAGE D'UN POLLUANT NON NORMÉ DANS LES SOLS

Pour chaque polluant, la procédure suivante est appliquée pour la sélection de la famille analytique, de la méthode d'analyse et la détermination de la limite de quantification (LQ).

- Identifier le polluant en se basant sur son numéro CAS (Chemical Abstracts Service).
 - Déterminer la famille du polluant. Le choix de la famille est basé sur les propriétés chimiques (élément, molécule, composé organique, composé minéral, fonction chimique) ainsi que sur les propriétés physiques (pression de vapeur, solubilité).
 - Rechercher les différentes normes analytiques contenant le dosage du polluant
 - Sélectionner prioritairement les normes : « Boues, bio-déchets traités et sols »¹, ou « Qualité du sol »^{2,3}. (¹ *Boues, bio-déchets traités et sols : dénomination du Comité Technique CEN/TC 444 « Méthodes d'essai pour la caractérisation environnementale des matrices solides » du système de normalisation CEN*; ² *Qualité du sol : dénomination du Comité Technique Comité Technique CEN/TC 345 « Caractérisation des sols » du système de normalisation CEN*; ³ *Qualité du sol : dénomination du Comité technique ISO/TC 190 « Qualité du sol » du système de normalisation ISO*).
 - En absence de norme « Boues, bio-déchets traités et sols » ou « Qualité du sol », sélectionner une norme « Déchets », « Eau » ou autre.
 - Sélectionner par ordre de priorité le système de normalisation NBN, CEN, ISO, autres normes nationales (françaises, hollandaises, allemandes, ...).
 - Recherche de la limite de quantification analytique
 - Définir une limite de quantification pour chaque norme ou méthode analytique. Si la norme ne spécifie pas de LQ, fournir la limite de quantification analytique du laboratoire de l'ISSeP si le dosage de ce paramètre est réalisé à l'ISSeP.
 - Sélectionner les normes en fonction du critère suivant :
 - LQ < Valeur seuil : méthode choisie
 - LQ > Valeur seuil : méthode conservée
 - LQ >>> Valeur seuil : méthode écartée
 - LQ non définie et aucune autre méthode avec LQ < Valeur seuil : méthode conservée.
 - Contrôler les performances analytiques de la ou des méthodes choisies. S'assurer que la méthode proposée présente des performances analytiques suffisantes pour la caractérisation de sols tels que généralement rencontrés dans l'assainissement des sols pollués en Région wallonne. Ces performances sont par exemple la précision, la fidélité, la limite de détection, la sensibilité, la spécificité, le domaine d'application, l'incertitude.
- D'autres caractéristiques peuvent être prises en compte comme la simplicité, la rapidité ou le coût.
- Confirmer le choix de la famille du polluant en fonction des propriétés chimiques et physiques ainsi que de la méthode analytique.

Rem : Si la méthode de prétraitement renseigne de traiter l'extrait comme une eau alors répertorier la méthode eau.

Rem 2 : Lorsque la méthode indique une LQ entre x et y mg/kg selon la sensibilité des composés et la quantité d'échantillon utilisée, la LQ la plus élevée est renseignée.

En cas de sélection d'une norme autre que celle s'appliquant au Boues, bio-déchets traités et sols, le laboratoire réalisant l'analyse est tenu d'adapter la méthode en respectant au maximum les prescriptions de la norme sélectionnée.

2 SÉLECTION DES MÉTHODES ANALYTIQUES POUR LE DOSAGE D'UN POLLUANT NON NORMÉ DANS LES EAUX

Pour chaque polluant, la procédure suivante a été appliquée pour la sélection de la famille analytique, de la méthode d'analyse et la détermination de la limite de quantification (LQ).

- Identifier le polluant en se basant sur son numéro CAS.
- Si elle n'a pas été déterminée lors de la sélection de méthodes analytiques de dosage dans les sols, déterminer préalablement la famille du polluant. Le choix de la famille est basé sur les propriétés chimiques (élément, molécule, composé organique, composé minéral, fonction chimique) ainsi que sur les propriétés physiques (pression de vapeur, solubilité).
- Rechercher les différentes normes analytiques contenant le dosage du polluant
 - Sélectionner prioritairement les normes : « Qualité de l'eau »^{4,5}. (⁴ *Qualité de l'eau : dénomination du Comité Technique Comité Technique CEN/TC 230 « Analyse de l'eau » du système de normalisation CEN ;* ⁵ *Qualité de l'eau : dénomination du Comité technique ISO/TC 147 « Qualité de l'eau » du système de normalisation ISO*).
 - Sélectionner par ordre de priorité le système de normalisation NBN, CEN, ISO, autres normes nationales (françaises, hollandaises, allemandes, canadienne...).
- Recherche de la limite de quantification analytique
 - Définir une limite de quantification pour chaque norme ou méthode analytique. Pour les méthodes d'analyses réalisées au laboratoire de l'ISSeP, vérifier que la limite de quantification fournie dans la norme correspond à la limite de quantification du laboratoire de l'ISSeP. Si la norme ne spécifie pas de LQ et que le dosage de ce paramètre est réalisé à l'ISSeP, fournir la limite de quantification analytique du laboratoire de l'ISSeP.
 - Sélectionner les normes en fonction du critère suivant :
 - LQ < Valeur seuil : méthode choisie
 - LQ > Valeur seuil : méthode conservée
 - LQ >>> Valeur seuil : méthode écartée
 - LQ non définie et aucune autre méthode avec LQ < Valeur seuil : méthode conservée.
- Contrôler les performances analytiques de la ou des méthodes choisies. S'assurer que la méthode proposée présente des performances analytiques suffisantes pour la caractérisation des eaux telles que généralement rencontrées dans l'assainissement des sols pollués en Région wallonne. Ces performances sont par exemple la précision, la fidélité, la limite de détection, la sensibilité, la spécificité, le domaine d'application, l'incertitude.

D'autres caractéristiques peuvent être prises en compte comme la simplicité, la rapidité ou le coût.
- Si elle n'avait pas encore été confirmée, confirmer le choix de la famille du polluant en fonction des propriétés chimiques et physiques ainsi que de la méthode analytique.

Rem : Lorsque la méthode indique une LQ entre x et y µg/l selon la sensibilité des composés et la quantité d'échantillon utilisée, la LQ la plus élevée est renseignée.

En cas de sélection d'une norme autre que celle s'appliquant à l'eau, le laboratoire réalisant l'analyse est tenu d'adapter la méthode en respectant au maximum les prescriptions de la norme sélectionnée.

3 CALCUL DES SOMMES

Pour la réalisation de sommes de paramètres, suivre les « recommandations relatives au traitement des données inférieures à la limite de quantification pour la réalisation de sommes de paramètres » reprise dans le rapport ISSeP N° : 2023-00903 dont les conclusions sont reprises ci-dessous :

Pour la réalisation d'une somme de résultats, faire la somme des valeurs quantifiées et remplacer les valeurs <LQ par zéro.

Il est à noter néanmoins que la somme calculée peut dès lors, être inférieure à la somme des limites de quantification individuelles.

Toute somme de composés doit être accompagnée de l'identification univoque et extensive de ses termes.

Dans le cadre de la BD PNN, en accord avec les recommandations émises pour la réalisation d'une somme de paramètres, aucune LQ n'est fournie pour un PNN qui est une somme de composés.

4 RÉFÉRENCES

Bureau de normalisation (NBN) : <https://www.nbn.be>

European committee for standardization (CEN) : <https://www.cen.eu>

International Organization for Standardization (ISO) : <http://www.iso.org>

Association française de normalisation (AFNOR) : <http://www.afnor.org/>

Nederlands Normalisatie-instituut (NEN) : <https://www.nen.nl>

Deutsches Institut für Normung (DIN) : <http://www.din.de>

Environmental Protection Agency (EPA) : <https://www.epa.gov>

Compendium voor Monsterneming en Analyse (CMA) : <https://emis.vito.be>