

Formation continue experts et laboratoires « sols »
Problématiques liées à la mise en œuvre du CWEA

Audrey Joris, Benoît Renard



Jambes – 25 novembre 2014

Décret Sol : Application des procédures du CWEA

Décret relatif à la gestion des sols du 5 décembre 2008

- Deux matrices : sol et eau
- Paramètres inorganiques :
 - Métaux/métalloïdes : As, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb et Zn
 - Chrome VI
 - Hg
 - Cyanures





Décret Sol : Application des procédures du CWEA

Aspects analytiques abordés :

- Métaux dans les sols
- Spéciation Chrome total – Chrome VI dans les sols
- Cyanures dans les eaux et dans les sols

Métaux/métalloïdes dans les sols

- Prétraitement échantillon :
S-I-1V3 Prétraitement des échantillons
pour analyse physico-chimique et
lixiviation
- Granulométrie en fonction de la prise
d'essai



Métaux/métalloïdes dans les sols

- Minéralisation : S-II-1V2 Extraction des éléments métalliques en trace solubles dans l'eau régale
 - Deux possibilités :
 - Digesteur
 - **Chambre d'absorption pour le Hg**
 - Micro onde

Réalisation de deux répliques



Métaux/métalloïdes dans les sols

Analyse des extraits obtenus:

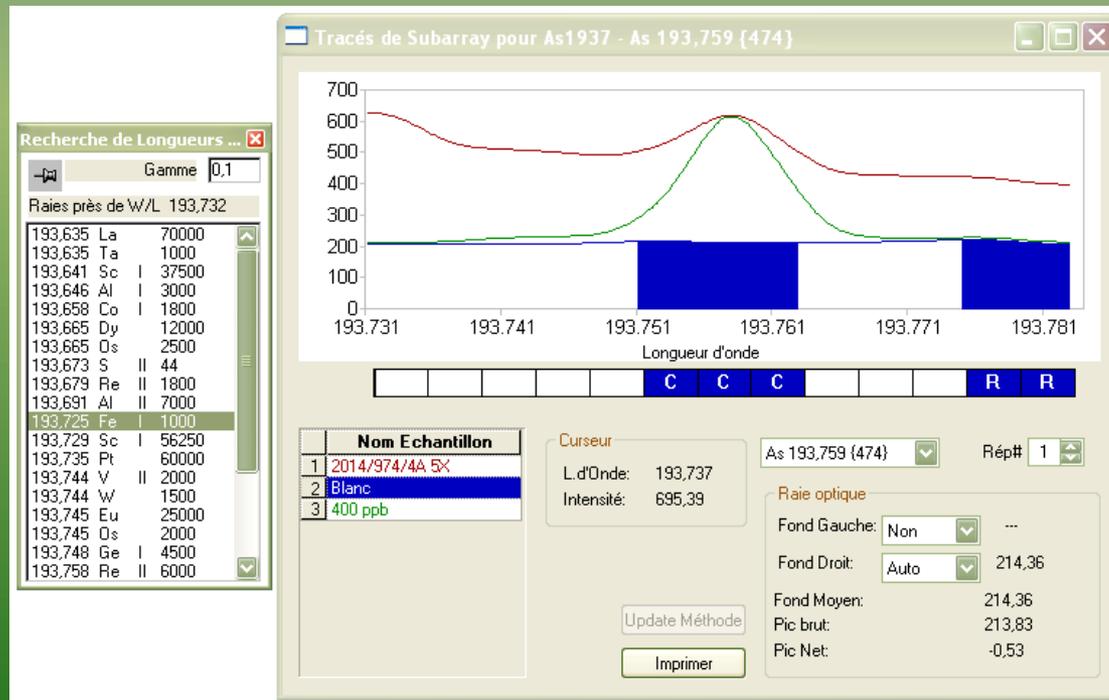
- La procédure S-II-1V2 donne deux possibilités :
 - ICP OES
 - ICP MS
- D'autres méthodes envisagées :
 - AAS
 - Méthode au hydrures pour l'As par exemple

Evaluation des interférences liées à la matrice pour chaque méthode



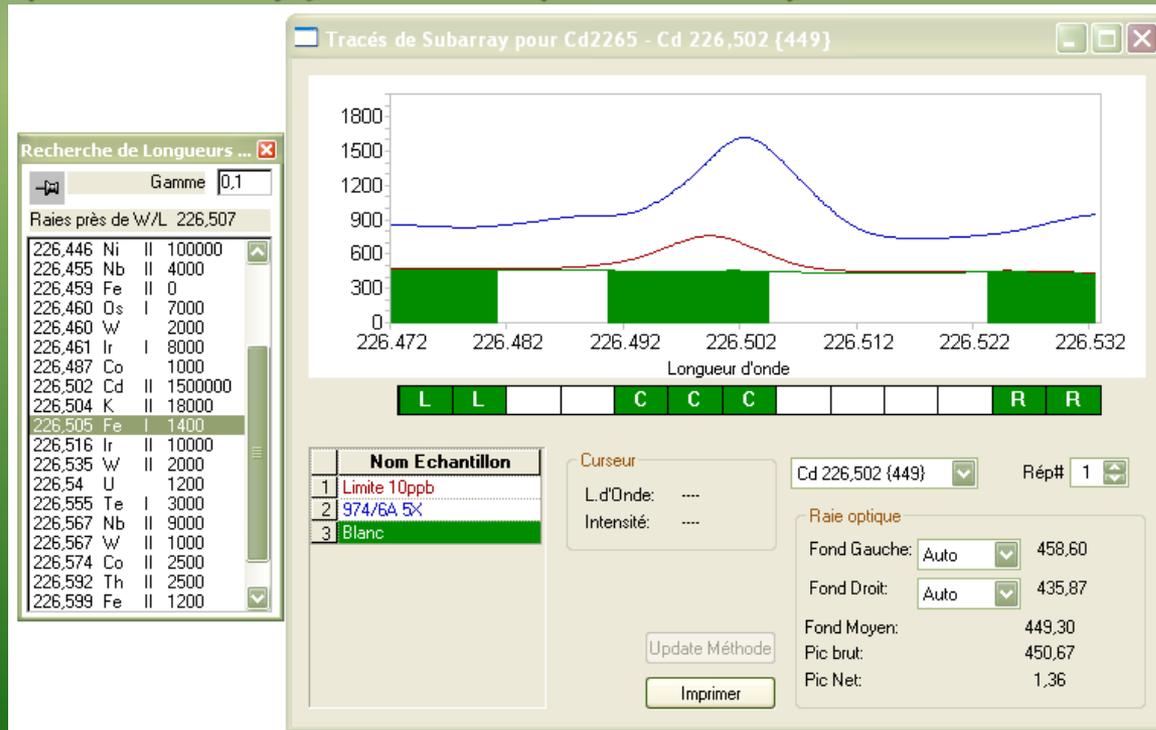
Métaux/métalloïdes dans les sols

- Exemple classique d'interférence spectrale (analyse par ICP OES) : exemples
 - As (λ 193,759) par la Fe (λ 193,725)



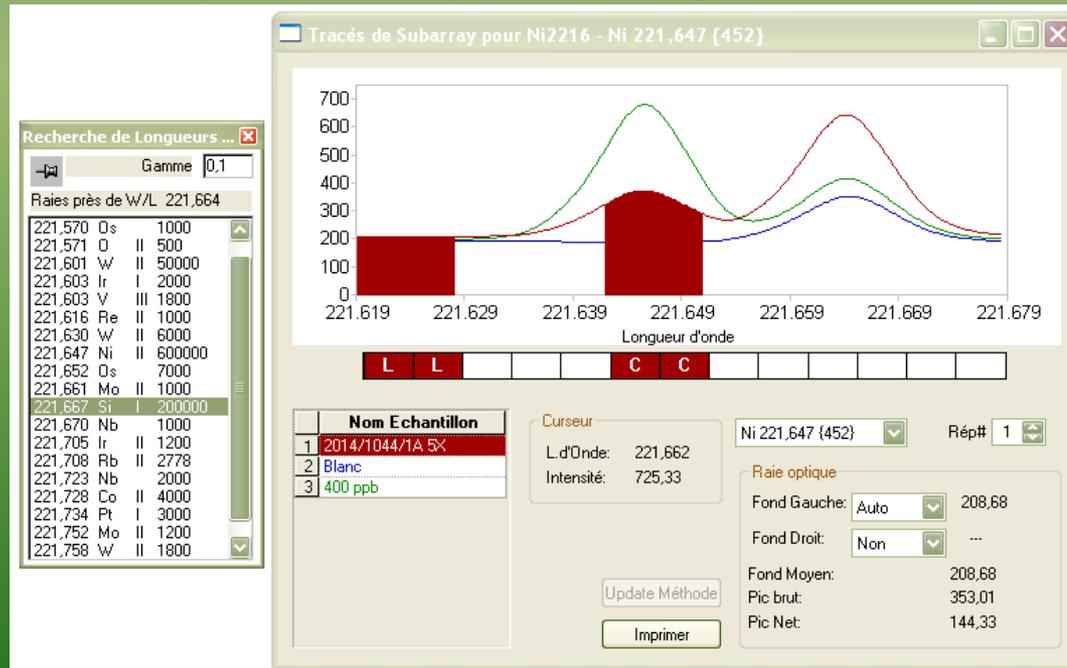
Métaux/métalloïdes dans les sols

- Exemple classique d'interférence spectrale (analyse par ICP OES) : exemples
 - Cd (λ 226,502) par la Fe (λ 226,505)



Métaux/métalloïdes dans les sols

- Exemple classique d'interférence spectrale (analyse par ICP OES) : exemples
 - Ni (λ 221,647) par la Si (λ 221,667)



Chrome VI

- Procédure CWEA S-II-4V3
 - Prétraitement échantillon
 - **Granulométrie en fonction de la prise d'essai**
 - Digestion des échantillons
 - **Contrôle de la température**
 - Analyse des extraits
 - **Blanc digestion**



Chrome VI

- Spéciation Chrome total et chrome hexavalent

➤ Vérification simple des résultats obtenus :

$$\text{CrVI} < \text{Cr tot}$$

Valeurs exprimées en mg/kg de matière sèche



Cyanures dans les eaux et dans les sols

- Procédures CWEA:
 - E-II.4V1
 - S-II-5.1V3
 - S-II-5.2V3
- Problématiques de la pyridine
 - Toxicité
 - Gestion des déchets

Cyanures dans les eaux et dans les sols

- Méthodes alternatives à la pyridine:
 - E-II.4V1 : détection ampérométrique
 - S-II-5.1V3 : titrimétrie
 - S-II-5.2V3 : détection ampérométrique
 - Méthode complémentaire envisagée : chromatographie ionique avec détection conductimétrique

L'indice hydrocarbure volatil

C_5-C_{11}

(E-III-4 & S-III-4)



Wallonie

Evolution de l'E-III-4 & S-III-4

- 2010 : « Procédure en cours d'étude »
(réf. à la XP T90-124)
- 2012 : 1^{ère} version de la procédure
- 2014 : ajout de la partie fractionnement
+ réf. à l'ISO 11504:2012 (norme générale sur la contamination d'un sol en hydrocarbure)



NF T90-124

Historique et état des lieux

- 05/2006 : Projet
- 06/2007 : Projet
- 01/2008 : Pr XP T90-124
- 07/2008 : Pr NF T90-124
- 12/2009 : Publication de la XP T90-124
- 2015 : Révision (vers l'ISO 16558-1 ?)



ISO 16558-1

Historique et état des lieux

- 01/2011 : Projet
- 07/2012 : ISO/CD 16558-1
- 05/2013 : ISO/DIS 16558-1 pour vote
- 08/2013 : Pr NF EN ISO 16558-1
- 10/2013 : ISO/DIS 16558-1
- 22/08/2014 : Rapport complet diffusé : DIS approuvé pour enregistrement comme FDIS



Comparaison

NF T90-124 / ISO 16558-1

NF T90-124

C₅-C₁₁ (eaux)

HS-GC/FID

Indice

Étalonnage avec 7 composés

Colonne 100% méthyl

ISO 16558-1

Split C₅-C₁₀ (sols)

HS-GC/MS

Split aro/aliphatique
(aromatiques par l'ISO 22155)

Étalonnage avec 19 + 16 composés

Colonne 100% méthyl



FAQ

Où démarrer et où s'arrêter ?

Les bornes principales :

Même principe que l'indice $C_{10}-C_{40}$:

On démarre juste après le C_5 , et on fini juste avant le C_{11}



FAQ

Où démarrer et où s'arrêter ?

Les bornes intermédiaires :

Décret Sol : Fraction EC >5-8

Fraction EC >8-10

Fraction EC >10-12

...

Actuellement : Aux temps de rétention du C₈ et du C₁₀

→ C₈ à moitié dans la fraction EC >5-8 et à moitié dans la suivante.

→ C₁₀ à moitié dans la fraction EC >8-10.

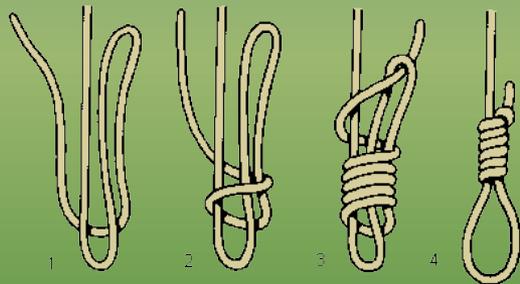
Futur version : Juste après le C₈ et juste après le C₁₀



FAQ

Problème du rapport C_5/C_{11}

FID : 

MS : 

Futur version : Disparition du rapport C_5/C_{11}



FAQ

Tous des hydrocarbures ?

Que faire des composés autres que les hydrocarbures ?

Actuellement : On garde tout !

Les retirer ?

En TIC : Les identifier pour les soustraire

→ Screening !

En SIM : Jouer sur les masses spécifique → split C_5-C_{11}

→ Corrélation du split - indice C_5-C_{11}



FAQ

Corrélation indice - split C_5-C_{11}

340 échantillons analysés en BTEXS & Solv. Cl

↳ 33 éch. susceptibles de répondre en C_5-C_{11}

↳ Analyse en C_5-C_{11} : 10 réponses > LQ



FAQ

Corrélation indice - split C₅-C₁₁

↳ Analyse en C₅-C₁₁ : 10 réponses > LQ

↳ 5 présentent une bonne corrélation

réf. ISSeP	BTEXS	solv. Cl	concentration (mg/kg sec)			pourcentage (/total)		
	mg/kg sec	mg/kg sec	IHV	split ali	split aro	aliphatiques	aromatique s	ali + aro
13/80/2	16,7	40,7	54,5	17,3	29,2	32%	54%	85%
13/170/13	109,3	-	56,4	34,9	18,8	62%	33%	95%
13/824/14	7,9	0,2	125,3	62,3	42,8	50%	34%	84%
13/824/15	12,1	0,1	104,2	57,2	25,0	55%	24%	79%
13/824/16	3,6	0,2	234,5	122,3	45,5	52%	19%	72%
13/824/22	42,8	0,1	26,4	10,1	18,8	38%	71%	109%
13/824/23	34,2	0,2	583,3	290,2	178,5	50%	31%	80%
14/697/3	11,7	0,2 - 1,6	2190,9	1317	65	60%	3%	63%
14/697/4	18,1	1,5 - 3,4	1776,9	1110	64	62%	4%	66%
14/697/5	6,9 - 8,4	< 2,9	553,1	353	14	64%	3%	66%

Bonne corrélation ?





Merci de votre attention



Formation continue 25 novembre pour les experts et labos « sols »

C'était : Problématiques liées à la mise en œuvre du CWEA

Par : Audrey Joris & Benoît Renard

A suivre : Questions/Réponses