

S-I-2V2 – PRÉTRAITEMENT DES ÉCHANTILLONS POUR LES ANALYSES ORGANIQUES

1. Objet

Prétraitement des échantillons de sol (y compris les sédiments), les matières utilisées sur et dans les sols et les déchets pour la détermination des contaminants organiques. Les micropolluants organiques peuvent présenter des différences importantes au niveau de leur volatilité.

2. Domaine d'application

3 méthodes de prétraitement des échantillons avant détermination des contaminants organiques :

- méthode de prétraitement pour les composés organiques volatils - point d'ébullition inférieur à 200 °C (exemple : hydrocarbures aromatiques monocycliques, solvants halogénés, indice hydrocarbure C5-C11) ;
- méthode de prétraitement pour les composés organiques semi-volatils - familles dont les constituants les plus légers ont un point d'ébullition situé entre 200 et 300 °C (hydrocarbures aromatiques polycycliques, chlorophénols , indice hydrocarbure C10-C40,...);
- méthode de prétraitement pour les composés organiques semi-volatils - point d'ébullition supérieur à 300 °C (carbone organique total, PCDDs et PCDFs, ...).

3. Conditionnement et conservation de l'échantillon

L'échantillon prélevé sera conservé dans un récipient adapté à l'abri de la lumière, à une température de 4 ± 2 °C.

Si l'échantillon contient des composés volatils, il est placé dès retour au laboratoire dans un flacon de 40 ml et est analysé dans la semaine. S'il ne peut être analysé dans ce délai, il est congelé à - 18 °C dans un récipient en polyéthylène.

Les échantillons pour essai peuvent être aussi prélevés et extraits sur le terrain en recouvrant l'échantillon de solvant d'extraction (méthanol - S-III-1), en fermant le flacon hermétiquement et en le transportant au froid jusqu'au laboratoire.

Si l'échantillon contient des composés semi-volatils, il est conseillé, pour les conserver, de le sécher chimiquement avec du sulfate de sodium ou, si les analyses demandées le permettent, le sécher à l'étuve à 40 °C et le broyer, pour éviter les pertes par dégradation biologique.

4. Appareillages et matériels utilisés

- Broyeur : moulin, pilon, mortier, maillet à tête en bois ou autres matériaux tendres;
- Tamis à trous carrés de 2 mm;
- Mélangeur mécanique;
- Agitateur mécanique pour le tamis : facultatif;
- Sous-échantillonneur ou appareil pour séparer l'échantillon;
- Tamis à mailles de 250 μm ;
- Balance analytique : précision à 0.1 g;
- Balance ou trébuchet : précise à 1 g;
- Etuve, convenant pour travailler à 600 °C;
- Carotteuse ou instrument analogue.

5. Réactifs utilisés

Na_2SO_4 anhydre : traiter le sulfate de sodium pendant 6 heures à 600°C afin de retirer l'eau de cristallisation et les matières organiques, le laisser refroidir dans un dessiccateur et le conserver dans un récipient fermé.

6. Mode opératoire

Composés volatils

Aucun prétraitement n'est effectué sur les échantillons sur lesquels il faut analyser les composés volatils. Prélever les échantillons pour essai dès que possible pour éviter les pertes.

Composés semi - volatils

(familles dont les constituants les plus légers ont un point d'ébullition situé entre 200 et 300 °C)

Verser le contenu sur une feuille à revêtement téflonné ou faire un ou plusieurs carottages dans le pot à l'aide d'un évidoir de ± 15 mm de diamètre. Eliminer les pierres et autres matériaux non broyables ayant un diamètre supérieur à 10 mm et prendre ± 50 g d'échantillon représentatif (peser au trébuchet). Ajouter le même poids de sulfate de sodium anhydre si le solide contient 50 à 100 % de matières sèches et ajouter 2 fois le poids de l'échantillon pour les boues contenant moins de 50 % de matières sèches.

Homogénéiser rapidement au pilon de façon à obtenir une poudre fine et sèche.

Composés semi -volatils (point d'ébullition supérieur à 300 °C)

Sécher l'échantillon à l'air ou à 40 °C jusqu'à ce que la perte de masse de l'échantillon ne dépasse pas 5 % (m/m) par 24 heures.

Réduire les mottes.

Retirer les éléments non représentatifs du sol et noter les poids respectifs.

Tamiser l'échantillon au travers d'un tamis à trou carré de 2 mm.



Lorsque la quantité d'échantillon séché, broyé et tamisé ne permet pas sa consommation complète, il faut le diviser en portions représentatives par quartage manuel ou à l'aide d'un appareil à diviser les échantillons.

Broyer un sous-échantillon représentatif jusqu'à ce qu'il passe au travers d'un tamis à maille de 250 µm.

7. Calcul

Lorsqu'il y a ajout d'additif tel que le sulfate de sodium anhydre, il faut tenir compte d'un facteur de correction pour la prise d'essai pour analyse.

8. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- une référence à la présente méthode de la Région wallonne;
- l'identification complète de l'échantillon;
- les précisions relatives au traitement préalable auquel l'échantillon a éventuellement été soumis;
- les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

9. Références

ISO 14507 : 2003 – Qualité du sol – Prétraitement des échantillons pour la détermination des contaminants organiques.

ISO 11464 : 2006 – Qualité du sol – Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques

ISO 16720 : 2005 – Qualité du sol – Prétraitement des échantillons par lyophilisation pour analyse subséquente

ISO 23909 : 2008 – Qualité du sol – Prétraitement des échantillons de laboratoire à partir d'échantillons de grande taille