

Analyse des sols dans le domaine des sites et sols pollués Synthèse des réunions du Groupe de Travail sur les Laboratoires

Rapport final

BRGM/RP-64749-FR
Mai 2015

Étude réalisée dans le cadre des opérations
d'appui aux politiques publiques du BRGM 2013-2015

Amalric L.
Avec la collaboration de
Aubert N., Ghestem J.-P., Leprond H.

Vérificateur :

Nom : BLANC Céline

Fonction :

Date : 24/08/2015

Signature : **original signé**

Approbateur :

Nom : GABORIAU Hervé

Fonction : Directeur

Date : 26/08/2015

Signature : **original signé**

Le système de management de la qualité et de l'environnement
est certifié par AFNOR selon les normes ISO 9001 et ISO 14001.

Mots-clés : Sites pollués, Sols, Analyse, Normalisation.

En bibliographie, ce rapport sera cité de la façon suivante :

Amalric L. avec la collaboration de **Aubert N., Ghestem J.-P. et Leprond H.** (2015) - Analyse des sols en contexte sites et sols pollués - Synthèse des réunions du groupe de travail Laboratoires. Rapport final BRGM/RP-64749-FR, 46 p., 1 tabl., 1 ann.

Synthèse

Ces travaux s'inscrivent dans le cadre de la subvention entre le MEDDE et le BRGM relative à des investigations en matière de protection de l'environnement dans le domaine des sites et sols pollués, action appelée « Animation d'un GT Laboratoire SSP ».

Ce document rassemble les discussions techniques et les conclusions du groupe de travail « Groupe de Travail sur les Laboratoires » relatives à l'analyse des sols, qui se sont déroulées en 2013 et 2014, sous le pilotage du BRGM. Un tableau récapitulatif des normes d'analyses à mettre en œuvre pour chaque polluant à rechercher dans les sols et les performances attendues dans le domaine des sites et sols pollués a été dressé.

Ces conclusions ont vocation à servir de base aux futures exigences analytiques pour les laboratoires effectuant des prestations dans le contexte des sites et sols pollués et une modification de l'arrêté ministériel du 07/07/09 relatif aux modalités d'analyse dans l'air et dans l'eau dans les ICPE et aux normes de référence a été proposée.

De plus, une modification de la partie 2 de la norme NF X 31-620 relatives aux prestations de service relatives aux sites et sols pollués sera engagée en 2015 pour y mentionner les normes de référence pour l'analyse de sols résultant de ce groupe de travail.

Sommaire

1. Contexte	7
2. Constitution du Groupe de Travail « Laboratoires Sites et Sols Pollués »	9
2.1. COMPOSITION DU GROUPE DE TRAVAIL	9
2.2. PÉRIMÈTRE DU GROUPE DE TRAVAIL	9
2.3. MÉTHODE DE TRAVAIL	9
3. Résultats des travaux du groupe de travail pour la matrice SOL	11
3.1. CHOIX DE LA FRACTION À CONSIDÉRER POUR L'ANALYSE DES SOLS	11
3.2. PRÉTRAITEMENT DES ÉCHANTILLONS SOLIDES	12
3.3. CAS DU NAPHTALÈNE.....	13
3.4. ANALYSES DES COMPOSÉS VOLATILS (COHV ET BTEX)	13
3.5. ANALYSE DES ÉLÉMENTS MÉTALLIQUES	13
3.6. ANALYSE DES AUTRES COMPOSÉS ORGANIQUES	14
3.7. COMPOSÉS SANS MÉTHODE (OU ORPHELINS).....	14
3.8. LIMITE DE QUANTIFICATION	14
3.9. ACCRÉDITATION.....	16
3.10. ESSAIS INTERLABORATOIRES	16
3.11. INCERTITUDES	16
3.12. MISE EN APPLICATION	16
4. Conclusions	17
5. Références	19

Liste des tableaux

Tableau 1 : Fraction des sols à analyser selon les scénarios	12
--	----

Liste des annexes

Annexe 1 : Normes de référence pour l'analyse des sols	23
--	----

1. Contexte

Le Ministère en charge de l'écologie a engagé depuis plusieurs années la révision de l'ensemble des outils techniques de gestion et d'évaluation des sites et sols potentiellement pollués, dans le cadre de la démarche nationale sur la gestion des sites et sols pollués.

Dans ce contexte, le BRGM a procédé en 2011 à la demande de la DGPR, au recensement des normes existantes en relation avec la gestion des sols pollués et mises en œuvre en France en contexte sites et sols pollués [BRGM/RP-60389-FR].

Un total de 163 normes « sol » a été recensé, les 2/3 d'entre elles étant des normes ISO. L'analyse de ces normes ainsi que les résultats d'une enquête menée auprès des professionnels de la gestion des sols et des donneurs d'ordre, a montré que :

- la majeure partie des normes a été produite à l'initiative des agronomes pour répondre à leur besoin et qu'elles ne sont pas complètement adaptées à la gestion des sites et des sols pollués ;
- parmi ces normes, celles qui sont les plus couramment utilisées dans la gestion des sites et sols pollués datent d'une bonne dizaine d'années ;
- il n'existe aucune norme sur les « gaz du sol », sur les méthodes d'analyses à utiliser par les laboratoires, même pour les polluants les plus fréquemment retrouvés dans les gaz du sol. Les analyses des gaz du sol dans les laboratoires sont faites en se basant sur les normes des domaines « air ambiant » et « air des lieux de travail ».

Cette étude a conclu à un besoin de révision et de mise à jour des textes normatifs dus à l'obsolescence ou aux lacunes des référentiels existant compte tenu des évolutions techniques, technologiques, méthodologiques et réglementaires, tant dans le domaine analytique que dans la méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués. Plus précisément pour les méthodes d'analyses, cette étude a mis en lumière le besoin de :

- renforcer les exigences sur les étapes de validation des méthodes dans les laboratoires d'analyse ;
- mettre à disposition des laboratoires des outils de contrôles analytiques tels que les essais inter-laboratoires et les matériaux de référence couvrant l'ensemble des paramètres et matrices analysés (sol, eau, gaz) afin de garantir la comparaison des résultats et leur fiabilité.

Pour la démarche nationale de gestion des sites et sols pollués, il ressort notamment la nécessité de :

- réaliser une veille technologique pour accompagner les développements ;
- réviser les textes relatifs aux méthodes de screening, d'analyse de gaz des sols et d'analyse d'air.

S'agissant des installations relevant de la législation sur les installations classées pour la protection de l'Environnement, des normes sont réglementairement fixées pour les prélèvements et les analyses réalisés sur les eaux superficielles, les émissions atmosphériques et leurs impacts dans le milieu, les sédiments et les boues en vue de leur épandage. En revanche aucune norme n'est réglementairement imposée pour les prélèvements et les analyses de sols et de gaz du sol, ou pour le prélèvement des eaux souterraines polluées ou susceptibles de l'être, dans le domaine des sites et sols pollués.

De ce fait, dans le domaine des sites et sols pollués, les laboratoires d'analyses ont la liberté d'employer la ou les méthodes de leur choix, qui peuvent être décrites dans des normes ou issues d'adaptations internes et ils n'ont pas l'obligation d'être accrédités et donc de réaliser les essais d'inter-comparaison de leurs résultats et de leurs protocoles d'analyses. Cela a pour conséquence l'application aux échantillons de sols et de gaz du sol notamment, de méthodes d'analyses différentes et variées dont la préparation physique de l'échantillon, pour lesquelles on ne dispose pas d'information quant à leur inter-comparabilité. Une cohérence avec les autres compartiments de l'environnement doit être établie au sein des installations relevant de la législation sur les installations classées pour la protection de l'environnement. À terme, et dans la mesure du possible, les laboratoires agissant dans le domaine sites pollués devront être assujettis aux mêmes contraintes que ceux qui interviennent en contexte ICPE pour l'analyse des eaux résiduaires, de la qualité des milieux ou des émissions atmosphériques.

Dans ce contexte, un groupe de travail a été constitué en 2013 à la demande de la DGPR, pour harmoniser les pratiques des laboratoires d'analyses afin d'améliorer l'inter-comparabilité et la fiabilité des résultats d'analyses des sols, gaz du sol et eaux.

Ce groupe de travail réunit les acteurs impliqués dans les activités sites et sols pollués : les laboratoires d'analyses, le MEDEF, l'UPDS, l'ADEME, l'UCIE, l'INERIS, l'INRA et le MEDDE, sous le pilotage du BRGM. Le Cofrac a rejoint ce groupe de travail afin de traiter les questions relatives à l'accréditation.

Les travaux du groupe portent sur les compartiments sol, gaz du sol et eaux. Ce rapport synthétise les discussions du groupe de travail relatives aux sols et présente les consensus obtenus lors des réunions ayant eu lieu entre 2013 et 2014.

2. Constitution du Groupe de Travail des Laboratoires

Le groupe de travail devait réunir tous les acteurs impliqués en contexte sites et sols pollués. Son périmètre de travail a été défini afin de préciser les responsabilités entre les bureaux d'études (demandeurs) et les laboratoires d'analyse, et se focaliser sur les pratiques analytiques.

2.1. COMPOSITION DU GROUPE DE TRAVAIL

Pour assister le représentant du MEDDE, le pilotage technique du groupe de travail était assuré par le BRGM.

Le groupe était constitué :

- des représentants des laboratoires d'analyses ALCONTROL, EUROFINs, Micro Polluants Technologies, AGROLAB, WESSLING et CARSO ;
- des représentants de l'UPDS, l'UCIE, l'UFIP et du MEDEF ;
- des représentants de l'ADEME, l'INERIS, l'INRA et du COFRAC.

2.2. PÉRIMÈTRE DU GROUPE DE TRAVAIL

Les rôles et responsabilités des différents intervenants ont été précisés.

Pour tenir compte des spécificités du site, des objectifs des diagnostics (screening, quantification de source...) et en cohérence avec les normes NF X 31 620, la réalisation des prélèvements et leur conditionnement relèvent de la responsabilité des bureaux d'études.

Le laboratoire d'analyse qui réceptionne les prélèvements réalise les analyses en se conformant aux instructions du demandeur mentionnées sur la demande d'analyse. Un dialogue préalable entre le demandeur et le laboratoire aura permis de fixer les volumes nécessaires, les flaconnages appropriés et le délai de réception des échantillons.

L'amélioration et/ou l'harmonisation des méthodes de prélèvements relèvent d'un autre groupe de travail qui sera créé en 2016.

2.3. MÉTHODE DE TRAVAIL

La méthode du groupe de travail « Laboratoires SSP » a consisté à recenser les pratiques et performances des laboratoires d'analyses impliqués en contexte sites et sols pollués au moyen d'une enquête pour chaque polluant et chaque matrice, puis à rechercher et étudier les méthodes d'analyses disponibles en normalisation nationale, européenne ou internationale.

Les données traitées par le BRGM ont été présentées au groupe de travail pour être discutées, complétées et validées consensuellement au cours des différentes réunions.

3. Résultats des travaux du groupe de travail pour la matrice SOL

Les concepts de base posés par le groupe de travail afin de répondre à la question *quelle(s) norme(s) pour quel polluant avec quelle performance*, et qui ont guidé les orientations des différentes réunions ont été les suivants :

- harmoniser les pratiques d'analyse des laboratoires autour des documents normatifs les plus récents ;
- appliquer une préparation systématique des échantillons de sols (sauf exception) afin de disposer de résultats plus fiables et plus comparables (en conséquence, il est indiqué que les délais de rendu des résultats aux clients seront plus longs) ;
- assurer une cohérence avec les travaux en cours sur l'harmonisation des méthodes de prélèvements.

La liste des 115 composés pouvant être recherchés dans les sols figure dans l'annexe 1.

3.1. CHOIX DE LA FRACTION À CONSIDÉRER POUR L'ANALYSE DES SOLS

Les échanges ont porté sur la pertinence de la fraction du sol à soumettre à l'analyse. Les deux possibilités pour le laboratoire sont de travailler avec la totalité de l'échantillon ou la fraction récupérée après tamisage à 2 mm. Cette dernière pratique est jusqu'à présent la plus répandue (hors composés volatils). Le choix a été orienté vers une exigence technique fonction des contextes d'études : le demandeur a la responsabilité du choix de la fraction à analyser, en s'appuyant sur des scénarios prédéfinis, et il doit le mentionner explicitement aux laboratoires d'analyses.

Consensus :

Il appartient au demandeur qui réalise l'échantillonnage de décider d'écarter au maximum sur site les fractions grossières (blocs, galets, débris...) si elles sont non représentatives de l'échantillon et sans objet pour l'étude, afin de limiter les choix ultérieurs à faire par le laboratoire.

Le demandeur qui demande l'analyse est responsable de la définition de la fraction granulométrique à analyser, totalité de l'échantillon ou fraction inférieure à 2 mm. Le choix est fonction des contextes d'études selon les exemples du tableau ci-dessous. Le demandeur doit explicitement préciser cette information au laboratoire lors de l'envoi des échantillons et le mentionner dans le rapport d'études avec l'argumentaire de choix.

À défaut, le laboratoire se rapprochera du demandeur pour obtenir l'information.

L'information concernant la fraction analysée (totalité de l'échantillon ou fraction < 2 mm) devra figurer dans le bulletin d'analyses.

Contexte	Fraction à analyser	Commentaires
Calculs de risques sanitaires (ingestion de sol)	<2 mm	La partie fine est principalement à l'origine des expositions.
Elaboration d'un bruit de fond géochimique	<2 mm	<u>Cas particulier</u> : la conservation du tamisage permet d'être cohérent avec les pratiques actuelles et d'assurer une comparaison entre les données. Néanmoins, il est important d'avoir une vision de la répartition des teneurs en fonction des classes granulométriques afin de mettre en évidence l'influence sur le bruit de fond géochimique.
Calcul / Estimation d'un bilan masse	Ensemble de l'échantillon	S'agissant de réaliser un calcul de cubature ou une évaluation du tonnage de sols pollués, toutes les fractions sont à prendre en compte.
Caractérisation terres excavées	Ensemble de l'échantillon	L'objectif est d'apprécier la qualité globale des terres prélevées qui seront ensuite gérées. Aucune restriction n'est définie dans le guide de caractérisation des terres excavées (rapport BRGM/RP-62856-FR de décembre 2013). Néanmoins, l'appréciation de la répartition des teneurs en fonction des classes granulométriques peut permettre d'optimiser les modalités de gestion (réutilisation / traitement / élimination).

Tableau 1 : Fraction des sols à analyser selon les scénarios.

3.2. PRÉTRAITEMENT DES ÉCHANTILLONS SOLIDES

Le constat fait est la variété des pratiques par les laboratoires pour le prétraitement des sols avant analyse (séchage, broyage, granulométrie, masse prélevée pour analyse). Pour restreindre cette diversité, il a été convenu après de nombreux échanges de suivre les prescriptions de la norme NF EN 16179.

Consensus :

Sauf exception précisée dans le tableau « Liste des normes d'analyses à mettre en œuvre pour l'analyse des sols en contexte sites et sols pollués », la norme à respecter pour le prétraitement des échantillons est la norme NF EN 16179.

La norme NF EN 16179 étant récente, certaines normes d'analyses renvoient à d'autres normes de prétraitement et notamment aux normes NF ISO 11464 ou NF ISO 14507. La norme NF EN 16179 reprend la plupart des grands principes de ces deux normes. Lors de renvois de ce type dans les normes d'analyses, le laboratoire appliquera les paragraphes correspondant de la norme NF EN 16179.

Le laboratoire procédera à l'élimination et à la pesée des matériaux étrangers (notamment cailloux, plastique, verre, débris végétaux), conformément à la norme NF EN 16179. Contrairement à ce qui est précisé dans la norme, il n'est pas demandé de conserver les matériaux étrangers ou le refus au tamis de 2mm pour une éventuelle analyse ultérieure. Seules les informations concernant la masse des matériaux étrangers éliminés ou le refus au tamis de 2 mm devront figurer dans le rapport d'essai.

Sauf exception mentionnée dans le tableau « Liste des normes d'analyses à mettre en œuvre pour l'analyse des sols en contexte sites et sols pollués », la prise d'essai pour analyse pourra être adaptée par rapport à la norme d'analyse sous réserve du respect des exigences de la norme NF EN 16179 notamment pour la représentativité et la granulométrie de la prise d'essai.

3.3. CAS DU NAPHTALÈNE

Les échanges ont porté sur le choix de la norme d'analyse à appliquer. Le naphthalène appartient à la famille des HAP (norme analytique NF ISO 13877) mais il est également considéré comme une substance volatile (normes analytiques NF ISO 22155 et NF EN ISO 15009). Il peut donc être analysé suivant deux filières analytiques différentes qui ne présentent pas les mêmes performances en termes de limite de quantification et d'incertitude analytique.

Consensus :

Compte tenu de la limite de quantification fixée et pour éviter des pertes par la préparation physique (séchage) mentionnée dans la norme NF ISO 13877, la position retenue est de considérer le naphthalène comme un composé volatil. La famille des 16 HAP est remplacée par 15 HAP.

3.4. ANALYSES DES COMPOSÉS VOLATILS (COHV ET BTEX)

Un consensus a rapidement été atteint pour établir qu'une analyse des gaz du sol serait réalisée en premier lieu. Les débats ont ensuite porté sur le conditionnement des échantillons de sols en vue de leur analyse. Les avantages et inconvénients de chaque pratique ont été présentés et discutés. Les résultats de l'étude ADEME-Burgeap sur la comparaison des prélèvements en tube de carottage et en kit méthanol ont été discutés. Les aspects liés au prélèvement seront rediscutés avec les professionnels des sites et sols pollués dans le cadre d'un Groupe de Travail Échantillonnage qui sera initié en 2016.

Consensus :

L'analyse des composés volatils dans les sols, selon les méthodes prescrites dans le tableau « Liste des normes d'analyses à mettre en œuvre pour l'analyse des sols en contexte sites et sols pollués », pourra être formulée par le demandeur à l'issue d'un premier diagnostic réalisé notamment par l'analyse des gaz du sol, en vue d'une d'analyse complémentaire sur la source de pollution.

Lors de l'analyse de ces composés dans les sols selon la norme NF ISO 22155, il est demandé aux laboratoires de réaliser des blancs analyse tous les 15 échantillons au minimum.

3.5. ANALYSE DES ÉLÉMENTS MÉTALLIQUES

Les échanges ont porté sur le choix de la méthode de mise en solution. La mise en solution peut être réalisée selon des méthodes dites partielles (comme la digestion « eau régale » NF EN 16174) ou des méthodes de digestion « totale » (NF ISO 14869-1). Il est décidé de recommander la méthode de digestion « eau régale », cette méthode est de loin la méthode la plus utilisée dans les laboratoires et souvent considérée comme représentative de la fraction anthropique du métal présent dans l'échantillon ou encore de la fraction la plus « pertinente » du point de vue environnemental. Même si cette méthode de digestion est classée dans les méthodes « partielles », il est à noter qu'elle est aussi considérée comme « pseudo totale » et que dans certains cas et pour certains éléments les résultats seront identiques à une digestion totale. Pour certains contextes particuliers d'études (sites miniers, fond géochimique naturel), une mise en solution « totale » pourra être réalisée et cela devra être indiqué par le demandeur.

Consensus :

Analyse d'éléments métalliques (hors étude de bioaccessibilité) :

Pour certains éléments métalliques, deux méthodes de mise en solution sont proposées dans le tableau « Liste des normes d'analyses à mettre en œuvre pour l'analyse des sols en contexte sites et sols pollués ». Par défaut une mise en solution partielle à l'eau régale (NF EN 16174) est privilégiée pour les études en contexte Sites et Sols Pollués.

Dans certains contextes particuliers d'études (sites miniers, fond géochimique naturel...), une mise en solution « totale » (NF ISO 14869-1) pourra être réalisée. Dans ce cas, le demandeur demandant l'analyse doit indiquer au laboratoire l'emploi de la norme NF ISO 14869-1. Le laboratoire devra mentionner dans le rapport d'essai le type de minéralisation effectuée.

3.6. ANALYSE DES AUTRES COMPOSÉS ORGANIQUES

Devant la diversité des pratiques, constatée par retour des questionnaires auprès des laboratoires, et compte tenu des objectifs initiaux fixés, le consensus pour les méthodes à mettre en œuvre pour les paramètres organiques (autres que composés volatils et naphthalène) disposant de textes normatifs a été obtenu sans difficultés particulières. Les méthodes à mettre en œuvre pour les paramètres sont indiquées dans le tableau « Liste des normes d'analyses à mettre en œuvre pour l'analyse des sols en contexte sites et sols pollués » (annexe 1).

3.7. COMPOSÉS SANS MÉTHODE (OU ORPHELINS)

Les composés ne disposant pas de méthode normalisée ont été identifiés. Il s'agit des 2 alcools méthanol et terbutyl alcool, du dibenzothiophène, et de 2 organométalliques le méthyl mercure et le plomb tétraéthyle. Le besoin d'analyser ces composés a été confirmé. Quand cela a été possible, une norme d'analyse pouvant être employée a été proposé dans le tableau « Liste des normes d'analyses à mettre en œuvre pour l'analyse des sols en contexte sites et sols pollués » (annexe 1) ; cependant le paramètre n'appartenant pas au domaine d'application de la norme, il appartiendra au laboratoire de valider l'analyse de ce composé selon cette norme. Dans d'autres cas, un simple principe analytique a été proposé. Le besoin de disposer d'une méthode pour chaque paramètre, afin de réduire le risque de variabilité des résultats d'analyse, a été précisé par le groupe. Des travaux ont donc été menés ultérieurement pour le méthyl mercure et plomb tétraéthyle pour lesquels aucun principe n'avait pu être proposé. Ces travaux de recherche bibliographique ont permis de proposer des protocoles d'analyses pour chacun de ces 2 composés [BRGM/RP-65027-FR].

3.8. LIMITE DE QUANTIFICATION

Les valeurs des limites de quantification (LQ) pour chaque paramètre dans les sols ont été proposées par le BRGM, en considérant les points suivants :

- vérification de l'adéquation des LQ avec un scénario ingestion de sols (enfant résident 0-6 ans) ;
- nombre de méthodes utilisées par les laboratoires, permettant d'atteindre la LQ ;
- vérification de l'adéquation des LQ avec les données disponibles sur le bruit de fond géochimique.

Les valeurs des LQ devaient ensuite respecter obligatoirement les critères suivants :

- LQ <bruit de fond géochimique (lorsque disponible dans la bibliographie) ;
- LQ <concentrations à partir desquelles Quotient de Danger (QD) >0,2 ou Excès de Risque Individuel (ERI) >10⁻⁶;
- LQ compatible avec les valeurs de gestion des terres excavées (rapport BRGM/RP-62856-FR, décembre 2013).

Les valeurs 0,2 pour le Quotient de Danger et 10⁻⁶ pour l'Excès de Risque Individuel sont les critères d'interprétation de la méthodologie Interprétation de l'État des Milieux (IEM).

Enfin le critère d'appréciation complémentaire a été une faisabilité par la majorité des laboratoires.

De nombreux échanges ont eu lieu et les laboratoires ont été invités à faire part de leurs difficultés éventuelles pour atteindre ces valeurs. À l'issue de ces discussions, certaines valeurs ont pu être relevées et restent en accord avec l'utilisation ultérieure des données.

Une LQ à 0,05 mg/kg a été initialement fixée pour le naphthalène car correspondant à la valeur seuil de gestion pour les terres excavées. Cette valeur avait été fixée en prenant en compte les capacités analytiques des laboratoires qui réalisent cette analyse avec les autres HAP selon les normes XP CEN/TS 16181, NF ISO 18287 ou NF ISO 13877. Or ces normes bien adaptées pour les HAP non volatils comprennent des étapes (séchage) pouvant volatiliser une partie du naphthalène présent dans l'échantillon. Dans le cadre du groupe de travail il a été privilégié pour ce paramètre une méthode d'analyse de type volatil (selon la norme NF ISO 22155), méthode moins sensible que les méthodes dédiées aux autres HAP et ne permettent plus d'atteindre la LQ de 0,05 mg/kg. La LQ retenue a été celle indiquée comme atteignable par la majorité des laboratoires, à savoir 0,1 mg/kg. Un retour d'expérience est en cours sur la méthodologie de gestion des terres excavées, et cette contrainte analytique sera transmise au groupe de travail concerné afin qu'il puisse gérer la façon de l'intégrer dans la méthodologie.

Le PCB 118 est considéré avec les PCB indicateurs (7 congénères) et avec les PCB de type dioxine (PCB-DL). Cela conduit à 2 méthodes d'analyse de coûts et de performances différentes. D'un point de vue méthodologique, le PCB118 est à considérer comme un PCB-DL, et les calculs de risque sanitaires ont conduit à recommander une LQ de 0,1 µg/kg. Cependant, le fait d'imposer cette LQ y compris lors de l'analyse des 7 congénères aurait eu des conséquences sur les méthodes et les coûts d'analyses en raison de la nécessité d'analyser ce composé avec les PCB-DL en plus des autres congénères. Il a été décidé de conserver les 2 méthodes d'analyses possibles et donc les 2 LQ selon que le congénère 118 est à rechercher avec les 7 congénères ou avec les PCB de type dioxine.

Il a été constaté une grande diversité dans la façon de déterminer les LQ pour les sols dans les laboratoires. Une méthodologie harmonisée a été construite avec un sous-groupe réduit aux laboratoires, à l'issue de quelques réunions. Ce protocole devra être testé et s'il s'avère qu'il modifie les LQ actuelles, ces impacts seront évalués. Il est précisé que les LQ fournies, à l'heure actuelle, par les laboratoires ne sont pas remises en cause.

Consensus :

Les limites de quantification indiquées dans le tableau « Liste des normes d'analyses à mettre en œuvre pour l'analyse des sols en contexte sites et sols pollués » sont les performances minimales dont doivent disposer les laboratoires.

Les limites de quantification devront être déterminées sur une matrice solide et sur l'ensemble de la méthode d'analyse, selon le protocole présenté par la norme NF T90-210. Un texte normatif sur la détermination des limites de quantification en matrice solide est en préparation et son application sera exigée à sa parution (modalité à préciser).

3.9. ACCRÉDITATION

Le groupe a établi que l'accréditation du laboratoire d'analyse pour les paramètres, les méthodes de préparation et les méthodes d'analyses mentionnés dans le tableau « Liste des normes d'analyses à mettre en œuvre pour l'analyse des sols en contexte sites et sols pollués », est un prérequis pour la réalisation des prestations dans le cadre des sites et sols pollués. Pour ne pas contraindre des laboratoires à se faire accréditer selon de nouvelles normes dans la mesure où ils le sont pour des normes équivalentes, le champ des normes à appliquer a été élargi pour les HAP et les HCT.

3.10. ESSAIS INTERLABORATOIRES

Le faible nombre de paramètres couverts par un essai inter-laboratoires dans les sols est constaté. Ces essais sont des éléments importants de la fiabilité des données et permettent aux laboratoires d'assurer la qualité de leurs analyses et la cohérence de leurs résultats avec la profession. Les deux organisateurs d'essai d'inter-comparaison nationaux ont été informés de cette lacune. Dans l'attente de la généralisation de ces essais, un essai inter-laboratoires dédié à l'analyse des composés organiques volatils dans les sols a été réalisé en 2015 [BRGM/RP-64857-FR].

Devant la difficulté pour les laboratoires de disposer d'un essai pour tous les paramètres dans chaque matrice, le **consensus est le suivant** :

Les laboratoires d'analyse sont tenus de participer aux essais inter-laboratoires disponibles au niveau national ou international, pour la matrice sol, pour tous les paramètres mentionnés dans le tableau « Liste des normes d'analyses à mettre en œuvre pour l'analyse des sols en contexte sites et sols pollués ».

À défaut, la participation aux essais inter-laboratoires sur d'autres matrices solides (sédiment) est encouragée, sous réserve que les analyses soient faites avec la méthode revendiquée pour les sites et sols pollués.

3.11. INCERTITUDES

Une valeur d'incertitude ($k = 2$) doit être systématiquement transmise avec le résultat d'analyse.

3.12. MISE EN APPLICATION

Les laboratoires disposeront d'une durée de 2 ans pour se mettre en conformité avec les exigences du présent document.

4. Conclusions

La création du groupe de travail « Laboratoires » a permis de réunir les acteurs impliqués dans les activités relatives à la caractérisation des sites et sols potentiellement pollués et de débattre sur différents aspects techniques clefs tels que les méthodes de traitement des échantillons de sol, les techniques d'analyses les mieux adaptées aux polluants recherchés, ou les performances exigibles.

Au final pour l'analyse des sols, un tableau recensant par polluant les méthodes à appliquer par les laboratoires et les limites de quantifications attendues a pu être établi et validé par le groupe de travail.

Pour les composés ne disposant pas de méthode d'analyse normative, des méthodes issues de la littérature scientifique ont été proposés aux laboratoires d'analyse [BRGM/RP-65027-FR].

Au niveau réglementaire, une modification de l'arrêté ministériel du 07/07/09 relatif aux modalités d'analyse dans l'air et dans l'eau dans les ICPE et aux normes de référence a été proposée pour y mentionner les méthodes d'analyse des échantillons de sols. À terme, les méthodes de prélèvement feront l'objet d'une annexe spécifique.

De plus, une modification de la partie 2 de la norme NFX 31-620 relatives aux prestations de service relatives aux sites et sols pollués sera engagée en 2015 pour y mentionner les normes de référence pour l'analyse de sols résultant de ce groupe de travail.

5. Références

BRGM/RP-60389-FR, Maton D., Blanc C., Boutin M.P., Ghestem J.-P., Scamps M. (2012) - Normalisation dans le domaine des sites et sols pollués.

BRGM/RP-62856-FR, Coussy S. avec la participation de **Rouvreau L., Blanc C., Scamps M. et Windholtz J.** (2013) - Guide de caractérisation des terres excavées dans le cadre de leur réutilisation hors site en technique routière et dans des projets d'aménagement.

BRGM/RP-64857-FR, Moreau P. et Amalric L (2015) - Organisation d'un essai interlaboratoires pour l'analyse des composés volatils dans les sols en contexte sites et sols pollués.

BRGM/RP-65027-FR, Yari A., Amalric L. (2015) - Proposition de modes opératoires basés sur la littérature scientifique pour la détermination du méthylmercure et du plomb tétraéthyle dans les sols.

EPA Method 3540C, Soxhlet extraction - (1996).

EPA Method 3545A, Pressurized fluid extraction (PFE) – (2007).

EPA Method 3550C, Ultrasonic extraction – (2007).

EPA Method 7473, Mercury in solids and solutions by thermal decomposition, amalgamation and atomic absorption spectrometry – (2007).

EPA Method 8131, Aniline and selected derivatives by gas chromatography – (1996).

EPA Method 8270D, Semivolatile organic compounds by gas chromatography/mass spectrometry – (2014).

NF EN 12457-2, Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues - Partie 2 : essai en bûchée unique avec un rapport liquide-solide de 10 l/kg et une granularité inférieure à 4 mm (sans ou avec réduction de la granularité) - AFNOR (2002).

NF EN 15934, Boues, bio-déchets traités, sols et déchets - Calcul de la teneur en matière sèche par détermination du résidu sec ou de la teneur en eau - AFNOR (2012).

NF EN 16167, Boues, biodéchets traités et sols - Détermination des biphényles polychlorés (PCB) par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) et chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (CG-DCE) - AFNOR (2012).

NF EN 16174, Boues, biodéchets traités et sols Digestion des éléments solubles dans l'eau régale - AFNOR (2012).

NF EN 16179, Boues, bio-déchets traités et sols - Lignes directrices pour le prétraitement des échantillons - AFNOR, (2012).

NF EN ISO 10304-4, Qualité de l'eau - Dosage des anions dissous par chromatographie des ions en phase liquide - Partie 4 : Dosage des ions chlorate, chlorure et chlorite dans des eaux faiblement contaminées - AFNOR (1999).

NF EN ISO 15009, Qualité du sol - Détermination par chromatographie en phase gazeuse des teneurs en hydrocarbures aromatiques volatils, en naphthalène et en hydrocarbures halogénés volatils — Méthode par purge et piégeage avec désorption thermique - AFNOR (2013).

NF EN ISO 16703, Qualité du sol - Dosage des hydrocarbures de C10 à C40 par chromatographie en phase gazeuse - AFNOR (2011).

NF EN ISO 17380, Qualité du sol - Détermination des cyanures totaux et des cyanures aisément libérables - Méthode d'analyse en flux continu - AFNOR (2013).

NF EN ISO 22155 - Qualité du sol - dosage des hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils et de certains éthers par chromatographie en phase gazeuse - Méthode par espace de tête statique – AFNOR (2013).

NF ISO 5725-2, Application de la statistique - Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - partie 2 : Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée - (Décembre 1994).

NF ISO 11464, Qualité du sol -Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques - AFNOR (2006).

NF ISO 11465, Qualité du sol Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau Méthode gravimétrique - AFNOR 1994

NF ISO 11916-1 - Qualité du sol - Dosage d'une sélection d'explosifs et de composés apparentés - Partie 1 : méthode utilisant la chromatographie liquide à haute performance (CLHP) avec détection ultraviolet - AFNOR (2013).

NF ISO 11916-2 - Qualité du sol - Dosage d'une sélection d'explosifs et de composés apparentés - Partie 2 : Méthode utilisant la chromatographie en phase gazeuse (CG) avec détection à capture d'électrons (DCE) ou détection par spectrométrie de masse (SM) - AFNOR (2013).

NF ISO 13528, Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaison interlaboratoires - AFNOR (2005).

NF ISO 13877, Qualité du sol - Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance - AFNOR (1999).

NF ISO 14507, Qualité du sol - Prétraitement des échantillons pour la détermination des contaminants organiques - AFNOR (2003).

NF ISO 14869-1, Qualité du sol - Mise en solution pour la détermination des teneurs élémentaires totales - Partie 1 : mise en solution par l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique - AFNOR (2001).

NF ISO 18287, Qualité du sol - Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse (CG-MS) - AFNOR (2006).

NF ISO 22155, Qualité du sol - Dosage des hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils et de certains éthers par chromatographie en phase gazeuse - Méthode par espace de tête statique - AFNOR (2011).

NF T 90210, Qualité de l'eau - Protocole d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire - AFNOR (2009).

NF X 31620-1, Qualité du sol - Prestations de services relatives aux sites et sols pollués - Partie 1 : Exigences générales - AFNOR (2011).

NF X 31620-2, Qualité du sol - Prestations de services relatives aux sites et sols pollués - Partie 2 : Exigences dans le domaine des prestations d'études, d'assistance et de contrôle - AFNOR (2011).

NF X 31620-3, Qualité du sol - Prestations de services relatives aux sites et sols pollués - Partie 3 : Exigences dans le domaine des prestations d'ingénierie des travaux de réhabilitation - AFNOR (2011).

NF X 31620-4, Qualité du sol - Prestations de services relatives aux sites et sols pollués - Partie 4 : Exigences dans le domaine des prestations d'exécution des travaux de réhabilitation - AFNOR (2011).

PR NF EN ISO 16558-1, Qualité du sol - Hydrocarbures de pétrole à risque - Partie 1 : dosage des fractions aliphatiques et aromatiques des hydrocarbures de pétrole volatils par chromatographie en phase gazeuse (méthode par espace de tête statique) - AFNOR (2013).

PR NF EN ISO 16558-2, Qualité du sol - Hydrocarbures de pétrole à risque - Partie 2 : dosage des fractions aliphatiques et aromatiques des hydrocarbures de pétrole semi-volatils par chromatographie en phase gazeuse avec détection à ionisation de flamme - AFNOR (2013).

PR NF EN ISO 17182, Qualité du sol - Dosage de quelques phénols et chlorophénols sélectionnés - Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse - AFNOR (2014).

USGS-NWQL O-5130-95, Determination of semivolatile organic compounds in bottom sediments by solvent extraction, gel permeation chromatographic fractionation and capillary-column gas chromatography/mass spectrometry - 1996

XP CEN/TS 16181, Boues, bio-déchets traités et sols - Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) par chromatographie en phase gazeuse et chromatographie liquide à haute performance - AFNOR (2013).

XP CEN/TS 16190, Boues, biodéchets traités et sols - Détermination des dioxines et furanes et polychlorobiphényles de type dioxine par chromatographie en phase gazeuse avec spectrométrie de masse à haute résolution (CG-SMHR) - AFNOR (2012).

Annexe 1

Normes de référence pour l'analyse des sols

Substance	Famille chimique	Code Sandre	Normes pour le prétraitement de l'échantillon	Norme pour la mise en solution et/ou l'analyse	LQ	Unité	Commentaires
Matière sèche (MS)		1307	NF EN 16179	NF ISO 11465 ou NF EN 15934		%	
Méthanol	Alcools et polyols	2052	NF EN 16179 §5.5	Méthode possible : HS-GCMS	10	mg/kg de MS	
ter-Butyl alcool	Alcools et polyols	2583	NF EN 16179 §5.5	Méthode possible : HS-GCMS	10	mg/kg de MS	
Aniline	Anilines et dérivés	2605	NF EN 16179	Méthode possible (selon EPA 8131) : extraction par ultrasons avec dichlorométhane/acétone (1:1) et analyse par GC/NPD, ou par GC/MS (selon EPA 8270D)	40	µg/kg de MS	
Chlorates	Autres éléments minéraux	1752	NF EN 16179	NF EN 12457-2 et NF EN ISO 10304-4	1	mg/kg de MS	
Cyanures aisément libérables	Autres éléments minéraux	1084	NF EN 16179	NF EN ISO 17380	1	mg/kg de MS	
Cyanures totaux	Autres éléments minéraux	1390	NF EN 16179	NF EN ISO 17380	1	mg/kg de MS	
Perchlorates	Autres éléments minéraux	6219	NF EN 16179	NF EN 12457-2 et analyse de l'éluat par chromatographie ionique (en attente de la norme SOL en préparation)	20	mg/kg de MS	

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

2,4,6-Trinitrophénol	Autres phénols	6196	NF EN 16179 ou NF ISO 11916-1 ou NF ISO 11916-2	Méthodes possibles : - extraction par Soxhlet (EPA 3540C), PFE (EPA 3545A), ou ultrasons (EPA 3550C) avec dichlorométhane/acétone (1:1) ou hexane/acétone (1:1) et analyse par GC/MS (EPA 8270D). - NF ISO 11916-1 ou NF ISO 11916-2	0,5	mg/kg de MS	
Crésol (o, m, p)	Autres phénols	6341 (somme) 1640 (ortho) 5855 (m+p)	NF EN 16179 §5.5	PR NF ISO 17182	0,5	mg/kg de MS	
Phénol	Autres phénols	5515	NF EN 16179 §5.5	PR NF ISO 17182	0,5	mg/kg de MS	
1,2,4-Triméthylbenzène	Benzène et dérivés	1609	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

1,3,5-Triméthylbenzène	Benzène et dérivés	1509	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
2,4,6-Trinitrotoluène	Benzène et dérivés	2736	NF ISO 11916-1 ou NF ISO 11916-2	NF ISO 11916-1 ou NF ISO 11916-2	0,1	mg/kg de MS	
2,4-Dinitrotoluène	Benzène et dérivés	1578	NF ISO 11916-1 ou NF ISO 11916-2	NF ISO 11916-1 ou NF ISO 11916-2	0,1	mg/kg de MS	
2,6-Dinitrotoluène	Benzène et dérivés	1577	NF ISO 11916-1 ou NF ISO 11916-2	NF ISO 11916-1 ou NF ISO 11916-2	0,1	mg/kg de MS	
Benzène	Benzène et dérivés	1114	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,05	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

Ethylbenzène	Benzène et dérivés	1497	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
Nitrobenzène	Benzène et dérivés	2614	NF ISO 11916-1 ou NF ISO 11916-2	NF ISO 11916-1 ou NF ISO 11916-2	0,1	mg/kg de MS	
Toluène	Benzène et dérivés	1278	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
Xylène ortho	Benzène et dérivés	1292	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

Xylènes méta + para	Benzène et dérivés	2925	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
1,2-Dichlorobenzène	Chlorobenzène et mono-aromatiques halogénés	1165	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0.1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
1,3-Dichlorobenzène	Chlorobenzène et mono-aromatiques halogénés	1164	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

1,4-Dichlorobenzène	Chlorobenzène et mono-aromatiques halogénés	1166	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
Chlorobenzène	Chlorobenzène et mono-aromatiques halogénés	1467	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
1,1,1-Trichloroéthane	COHV, solvants chlorés, fréons	1284	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

1,2-Dichloroéthane	COHV, solvants chlorés, fréons	1161	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
1,2-Dichloroéthylène	COHV, solvants chlorés, fréons	1163	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
1,2-Dichloroéthylène CIS	COHV, solvants chlorés, fréons	1456	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

1,2-Dichloroéthylène TRANS	COHV, solvants chlorés, fréons	1727	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
Chlorure de vinyle	COHV, solvants chlorés, fréons	1753	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
Dichlorométhane	COHV, solvants chlorés, fréons	1168	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

Tétrachloroéthylène (PCE)	COHV, solvants chlorés, fréons	1272	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,2	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
Tétrachlorométhane	COHV, solvants chlorés, fréons	1276	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
Tribromométhane	COHV, solvants chlorés, fréons	1122	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

Trichloréthylène (TCE)	COHV, solvants chlorés, fréons	1286	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
Trichlorométhane (chloroforme)	COHV, solvants chlorés, fréons	1135	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pour le prélèvement en flacon pré-rempli de méthanol (§ 6.2), le laboratoire doit ajouter un traceur. Le laboratoire doit réaliser un blanc laboratoire tous les 15 échantillons au minimum.
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2575	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2596	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2597	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2571	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

1,2,3,4,7,8-HxCDF	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2591	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2572	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2692	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2573	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2597	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	
1,2,3,7,8-PeCDD	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2569	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	
1,2,3,7,8-PeCDF	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2588	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	
2,3,4,6,7,8-HxCDF	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2593	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	
2,3,4,7,8-PeCDF	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2589	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	
2,3,7,8-TeCDD	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2562	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	
2,3,7,8-TeCDF	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2586	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	1	ng/kg de MS	
OCDD	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	2566	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	2	ng/kg de MS	

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

OCDF	Dioxines, Furanes (PCDD, PCDF)	5248	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	2	ng/kg de MS	
DIPE : éther diisopropylique	Divers (autres organiques)	5264	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	nd		Pas dans le domaine d'application de la norme NF EN ISO 22155 : il appartient au laboratoire de valider l'analyse de ce composé suivant cette norme.
ETBE : éthyle tert-butyl éther	Divers (autres organiques)	2673	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	Pas dans le domaine d'application de la norme NF EN ISO 22155 : il appartient au laboratoire de valider l'analyse de ce composé suivant cette norme.
MTBE : méthyl tert-butyl éther	Divers (autres organiques)	1512	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	
1 -Nitronaphtalène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, et pyrolytiques et dérivés)	absent	NF EN 16179	Méthodes possibles : - XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877 - NF ISO 11916-1 ou NF ISO 11916-2	nd		

1, 5 -Dinitronaphtalène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	6189	NF EN 16179	Méthodes possibles : - XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877 - NF ISO 11916-1 ou NF ISO 11916-2	nd		
1, 8 -Dinitronaphtalène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	6190	NF EN 16179	Méthodes possibles : - XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877 - NF ISO 11916-1 ou NF ISO 11916-2	nd		
2-Nitronaphtalène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	absent	NF EN 16179	Méthodes possibles : - XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877 - NF ISO 11916-1 ou NF ISO 11916-2	nd		
Acénaphène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1453	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	
Acénaphylène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1622	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

Anthracène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1458	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	
Benzo(a)anthracène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1082	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	
Benzo(a)pyrène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1115	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	
Benzo(b)fluoranthène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	5250	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	
Benzo(g,h,i)pérylène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1118	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	

Benzo(k)fluoranthène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1117	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	
Chrysène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1476	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	
Dibenzo(a,h)anthracène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1621	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	
Fluoranthène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1191	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	
Fluorène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1623	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

Indéno(1,2,3-cd)pyrène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1204	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	
Naphtalène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1517	NF EN 16179 §5.5	NF EN ISO 22155	0,1	mg/kg de MS	
Phénanthrène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1524	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	
Pyrène	HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	1537	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	XP CEN/TS 16181 ou NF ISO 18287 ou NF ISO 13877	0,1	mg/kg de MS	

Dibenzothiophène	HAP (Hydrocarbures aromatiques, polycycliques, pyrolytiques et dérivés)	3004	NF EN 16179	Méthodes possibles : - selon USGS-NWQL: O-5130-95 : extraction par Soxhlet au dichlorométhane et analyse par GC/MS. - XP CEN/TS 16181	10	mg/kg de MS	
HCT C10-C40	Hydrocarbures et indices liés	3319	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	NF EN ISO 16703 ou PR NF EN ISO 16558-2 § 9.2.1	20	mg/kg de MS	Séparation en fractions aliphatiques et aromatiques (selon PR NF EN ISO 16558-2 § 9.2.2) uniquement si mentionnée par le demandeur.
HCT C5-C10	Hydrocarbures et indices liés	3332	NF EN 16179 §5.5	PR NF EN ISO 16558-1	10	mg/kg de MS	
Antimoine	Métaux métalloïdes et	1376	NF EN 16179	Mise en solution à l'eau régale (NF EN 16174) ou par attaque "totale" (NF ISO 14869-1)	1	mg/kg de MS	-Contexte SSP : privilegier NF EN 16174 -La méthode d'analyse est laissée à l'appréciation du laboratoire pour autant qu'il s'agisse d'une méthode normalisée et qu'elle respecte les exigences de performances

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

Arsenic	Métaux métalloïdes et	1369	NF EN 16179	Mise en solution à l'eau régale (NF EN 16174)	1	mg/kg de MS	-Contexte SSP : privilégier NF EN 16174 -La méthode d'analyse est laissée à l'appréciation du laboratoire pour autant qu'il s'agisse d'une méthode normalisée et qu'elle respecte les exigences de performances
Baryum	Métaux métalloïdes et	1396	NF EN 16179	Mise en solution à l'eau régale (NF EN 16174) ou par attaque "totale" (NF ISO 14869-1)	1	mg/kg de MS	-Contexte SSP : privilégier NF EN 16174 -La méthode d'analyse est laissée à l'appréciation du laboratoire pour autant qu'il s'agisse d'une méthode normalisée et qu'elle respecte les exigences de performances
Cadmium	Métaux métalloïdes et	1388	NF EN 16179	Mise en solution à l'eau régale (NF EN 16174) ou par attaque "totale" (NF ISO 14869-1)	0,4	mg/kg de MS	-Contexte SSP : privilégier NF EN 16174 -La méthode d'analyse est laissée à l'appréciation du laboratoire pour autant qu'il s'agisse

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

Chrome	Métaux métalloïdes	et	1389	NF EN 16179	Mise en solution à l'eau régale (NF EN 16174) ou par attaque "totale" (NF ISO 14869-1)	1	mg/kg de MS	-Contexte SSP : privilégier NF EN 16174-La méthode d'analyse est laissée à l'appréciation du laboratoire pour autant qu'il s'agisse d'une méthode normalisée et qu'elle respecte les exigences de performances
Chrome VI	Métaux métalloïdes	et	1371	NF EN 16179	NF ISO 15192	0,5	mg/kg de MS	
Cuivre	Métaux métalloïdes	et	1392	NF EN 16179	Mise en solution à l'eau régale (NF EN 16174) ou par attaque "totale" (NF ISO14869-1)	1	mg/kg de MS	-Contexte SSP : privilégier NF EN 16174-La méthode d'analyse est laissée à l'appréciation du laboratoire pour autant qu'il s'agisse d'une méthode normalisée et qu'elle respecte les exigences de performances

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

Mercur	Métaux métalloïdes et	1387	NF EN 16179	NF EN 16174 ou méthode par pyrolyse-amalgamation-absorption atomique (suivant par exemple EPA 7473).	0,1	mg/kg de MS	-Contexte SSP : privilegier NF EN 16174 -La méthode d'analyse est laissée à l'appréciation du laboratoire pour autant qu'il s'agisse d'une méthode normalisée et qu'elle respecte les exigences de performances
Molybdène	Métaux métalloïdes et	1395	NF EN 16179	Mise en solution à l'eau régale (NF EN 16174) ou par attaque "totale" (NF ISO 14869-1)	1	mg/kg de MS	-Contexte SSP : privilegier NF EN 16174 -La méthode d'analyse est laissée à l'appréciation du laboratoire pour autant qu'il s'agisse d'une méthode normalisée et qu'elle respecte les exigences de performances
Nickel	Métaux métalloïdes et	1386	NF EN 16179	Mise en solution à l'eau régale (NF EN 16174) ou par attaque "totale" (NF ISO 14869-1)	1	mg/kg de MS	-Contexte SSP : privilegier NF EN 16174 -La méthode d'analyse est laissée à l'appréciation du laboratoire pour autant qu'il s'agisse d'une méthode normalisée et qu'elle respecte les exigences de performances

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

Plomb	Métaux métalloïdes et	1382	NF EN 16179	Mise en solution à l'eau régale (NF EN 16174) ou par attaque "totale" (NF ISO 14869-1)	10	mg/kg de MS	-Contexte SSP : privilegier NF EN 16174 -La méthode d'analyse est laissée à l'appréciation du laboratoire pour autant qu'il s'agisse d'une méthode normalisée et qu'elle respecte les exigences de performances
Sélénium	Métaux métalloïdes et	1385	NF EN 16179	Mise en solution à l'eau régale (NF EN 16174)	5	mg/kg de MS	-Contexte SSP : privilegier NF EN 16174 -La méthode d'analyse est laissée à l'appréciation du laboratoire pour autant qu'il s'agisse d'une méthode normalisée et qu'elle respecte les exigences de performances

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

Zinc	Métaux métalloïdes et	1383	NF EN 16179	Mise en solution à l'eau régale (NF EN 16174) ou par attaque "totale" (NF ISO 14869-1)	10	mg/kg de MS	-Contexte SSP : privilegier NF EN 16174 -La méthode d'analyse est laissée à l'appréciation du laboratoire pour autant qu'il s'agisse d'une méthode normalisée et qu'elle respecte les exigences de performances
Méthyl mercure	Organométalliques	6408	/	/	0,5	mg/kg de MS	
Plomb tétraéthyle	Organométalliques	3362	/	/	nd		
Tributylétain	Organométalliques	2879	NF EN 16179 § 5.6	NF EN ISO 23161	10	mg/kg de MS	
CB 28 2,4,4'-Trichlorobiphényle	PCB indicateurs	1239	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	NF EN 16167	10	µg/kg de MS	autre méthode possible : XP CEN/TS 16190
CB 52 2,2',5,5'-tetrachloro-1,1'-Biphényle	PCB indicateurs	1241	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	NF EN 16167	10	µg/kg de MS	autre méthode possible : XP CEN/TS 16190
CB 101 2,2',4,5,5'-Pentachlorobiphényle	PCB indicateurs	1241	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	NF EN 16167	10	µg/kg de MS	autre méthode possible : XP CEN/TS 16190

CB 118	2,3',4,4',5-pentachlorobiphényle	PCB indicateurs	1243	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	NF EN 16167	10	µg/kg de MS	autre méthode possible : XP CEN/TS 16190
CB 138	2,2',3,4,4',5-Hexachlorobiphényle	PCB indicateurs	1244	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	NF EN 16167	10	µg/kg de MS	autre méthode possible : XP CEN/TS 16190
CB 153	2,2',4,4',5,5',-Hexachlorobiphényle	PCB indicateurs	1245	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	NF EN 16167	10	µg/kg de MS	autre méthode possible : XP CEN/TS 16190
CB 180	2,2',3,4,4',5,5'-heptachlorobiphényle	PCB indicateurs	1246	NF EN 16179 § 5.6 ; séchage à l'air possible	NF EN 16167	10	µg/kg de MS	autre méthode possible : XP CEN/TS 16190
CB 77	3,3',4,4'-tétrachlorobiphényle	PCB coplanaires	1091	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	0,1	µg/kg de MS	
CB 81	3,4,4',5-tétrachlorobiphényle	PCB coplanaires	5432	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	0,1	µg/kg de MS	
CB 105	2,3,3',4,4'-pentachlorobiphényle	PCB coplanaires	1627	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	0,1	µg/kg de MS	
CB 114	2,3,4,4',5-pentachlorobiphényle	PCB coplanaires	5433	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	0,1	µg/kg de MS	
CB 118	2,3',4,4',5-pentachlorobiphényle	PCB coplanaires	1243	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	0,1	µg/kg de MS	
CB 123	2,3',4,4',5'-Pentachlorobiphényle	PCB coplanaires	5434	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	0,1	µg/kg de MS	

Analyse des sols en contexte sites et sols pollués

CB 126	3,3',4,4',5'- pentachlorobiphényle	1089	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	0,1	µg/kg de MS	
CB 156	2,3,3',4,4',5'- hexachlorobiphényle	2032	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	0,1	µg/kg de MS	
CB 157	2,3,3',4,4',5'- Hexachlorobiphényle	5435	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	0,1	µg/kg de MS	
CB 167	2,3',4,4',5,5'- Hexachlorobiphényle	5436	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	0,1	µg/kg de MS	
CB 169	3,3',4,4',5,5'- Hexachlorobiphényle	1090	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	0,1	µg/kg de MS	
CB 189	2,3,3',4,4',5,5'- Heptachlorobiphényle	5437	NF EN 16179 § 5.6	XP CEN/TS 16190	0,1	µg/kg de MS	

nd : non déterminé



Centre scientifique et technique
Direction des Laboratoires
3, avenue Claude-Guillemin
BP 36009 – 45060 Orléans Cedex 2 – France – Tél. : 02 38 64 34 34
www.brgm.fr