

## COMPOSES ORGANIQUES DOSAGE DE POLYNUCLEAIRES AROMATIQUES (METHODE HPLC)

Page 1/6

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

### 1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode s'applique au dosage d'hydrocarbures aromatiques polynucléaires susceptibles de se trouver dans les suies, bitumes, cires, etc.

Elle peut être étendue aux eaux résiduaires à condition de procéder à des enrichissements préalables.

Les limites de détection sont en moyenne de 50 nanogrammes par composé et par injection, ce qui correspond, dans les conditions d'analyse ci-après, à des teneurs voisines de la ppm.

### 2.PRINCIPE

Les polynucléaires aromatiques (PNA) se trouvent à l'état cristallisé dans les conditions normales de température (23 °C) et de pression (1 Pa) ou à l'état dissous.

Après extraction à froid au benzène et dilution dans l'acétonitrile, ils sont dosés par chromatographie liquide haute performance en phase inverse (phase stationnaire peu polaire, phase mobile de polarité variable eau-acétonitrile).

### 3.APPAREILLAGE

#### 3.1.CHROMATOGRAPHE LIQUIDE

haute performance (HPLC) avec programmation de débit.

#### 3.2.COLONNE

μ Bondapack C18 de WATERS :

- longueur 30 cm,
- Ø intérieur 3,9 mm,
- particules 10 μm.

#### 3.3.DETECTEUR U.V.

réglé à 254 nm, tension signal 10 mV.

#### 3.4.ENREGISTREUR

gamme 10 mV.

#### 3.5.INTEGRATEUR NUMERIQUE

suivi éventuellement d'un calculateur.

#### 3.6.ENSEMBLE DE FILTRATION EN POLYTETRAFLUORETHYLENE

de porosité 0,45 μm.

#### 3.7.MICROPIPETTES

#### 3.8.MATERIEL

courant de laboratoire.

## 4.PRODUITS

### 4.1.EAU DISTILLEE PURIFIEE

sur colonne spécifique.

### 4.2.ACETONITRILE

pour spectrométrie U.V. ( $d = 0,78$ ).

### 4.3.BENZENE

pour spectrométrie U.V. ( $d = 0,88$ ).

### 4.4.TOLUENE

pour spectrophotométrie U.V.

### 4.5.POLYNUCLEAIRES AROMATIQUES ETALONS

## 5.MODE OPERATOIRE

### 5.1.ETALONNAGE

**5.1.1** Dans un erlenmeyer de 150 ml, peser avec précision environ 50 mg des composés ci-après énumérés :

- |                  |                          |
|------------------|--------------------------|
| 1 - Naphtalène   | 6 - Fluoranthène         |
| 2 - Acénaphène   | 7 - Pyrène               |
| 3 - Fluorène     | 8 - Benzo [a] anthracène |
| 4 - Phénanthrène | 9 - Benzo [e] pyrène     |
| 5 - Anthracène   | 10 - Benzo [a] pyrène    |

Soit  $m_i$  ( $i = 1$  à  $10$ ), la masse de chaque composé en mg.

**5.1.2** Introduire 5 ml de benzène, agiter énergiquement jusqu'à dissolution totale, puis 20 ml d'acétonitrile et enfin 1 ml de toluène qu'il faut peser avec précision (standard interne). Boucher hermétiquement et agiter.

Soit  $m$  la masse de toluène ajouté en mg.

### 5.2.ECHANTILLON

**5.2.1** Selon la nature de l'échantillon et dans la mesure du possible, procéder aux moyens classiques de séparations de façon à éliminer le maximum d'éléments qui pourraient gêner l'analyse (voir remarque 7.1).

**5.2.2** Peser 5 g d'échantillon dans un ballon de 250 ml (éventuellement teinté), ajouter 50 ml de benzène et agiter énergiquement durant cinq minutes.

**5.2.3** Distiller sous courant d'azote jusqu'à  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Après refroidissement, effectuer une nouvelle solubilisation à l'aide de 5 ml de benzène. Ajouter 5 ml d'acétonitrile puis 1 ml de toluène à peser rigoureusement.

Soit  $m'$  la masse de toluène ajouté en mg.

**5.2.4** Filtrer à l'aide de l'ensemble (3.6).

La solution ainsi obtenue est prête à être injectée.