

Evaluation des essais interlaboratoires OSol

Pour les métaux lourds et les polluants organiques

Auteur

Daniel Wächter

Partenaire

Evaluating Programmes for Analytical Laboratories (WEPAL)



Schweizerische Eidgenossenschaft
Confédération suisse
Confederazione Svizzera
Confederaziun svizra

Département fédéral de l'économie,
de la formation et de la recherche DEFR
Agroscope

Impressum

| | |
|------------------------|--|
| Éditeur | Agroscope Reckenholzstrasse 191 8046 Zürich www.agroscope.ch |
| Renseignements | Florian Walder, florian.walder@agroscope.admin.ch |
| Rédaction | Daniel Wächter |
| Mise en page | Daniel Wächter |
| Photo de couverture | Gabriela Brändle |
| Download | agroscope.ch/transfer Il n'est pas possible de commander une version imprimée. |
| Versions linguistiques | Cette publication est également disponible en allemand. La langue originale est l'allemand. |
| Download | www.agroscope.ch/transfer/fr |
| Copyright | © Agroscope 2023 |
| ISSN | 2296-7230 |

Exclusion de responsabilité

Les informations contenues dans cette publication sont destinées uniquement à l'information des lectrices et lecteurs. Agroscope s'efforce de fournir des informations correctes, actuelles et complètes, mais décline toute responsabilité à cet égard. Nous déclinons toute responsabilité pour d'éventuels dommages en lien avec la mise en œuvre des informations contenues dans les publications. Les lois et dispositions légales en vigueur en Suisse s'appliquent aux lectrices et lecteurs; la jurisprudence actuelle est applicable.

Table des matières

| | |
|--|-----------|
| Résumé | 4 |
| 1 Liste publique des laboratoires | 5 |
| 1.1 Objectif et contenu | 5 |
| 1.2 Critères d'établissement de la liste des laboratoires | 5 |
| 1.3 Comparabilité des laboratoires, proche de la pratique | 5 |
| 1.4 Publication | 6 |
| 1.5 Autres prestataires d'essais interlaboratoires | 6 |
| 2 Essais interlaboratoires OSol | 7 |
| 2.1 Organisation et déroulement | 7 |
| 2.2 Conditions de participation | 8 |
| 3 Programme et consignes d'analyse | 9 |
| 3.1 Polluants inorganiques (Programme ISE) | 9 |
| 3.2 Polluants organiques (Programme SETOC) | 9 |
| 3.3 Autres polluants ou propriétés des sols | 10 |
| 3.4 Limite de détection maximale | 10 |
| 4 Interprétation et évaluation des résultats | 12 |
| 4.1 Conditions-cadres et critères d'évaluation de la qualité | 12 |
| 4.2 Distribution attendue | 12 |
| Remerciements | 13 |
| Bibliographie | 14 |
| Annexe | 15 |
| 5 Valeurs attendues | 15 |
| 5.1 Métaux lourds | 15 |
| 5.2 Polluants organiques | 16 |

Résumé

L'Ordonnance sur les atteintes portées au sol (OSol 1998) fixe des valeurs indicatives, des seuils d'investigation et des valeurs d'assainissement pour les polluants dans le sol. Afin de pouvoir comparer les résultats d'analyses de différents laboratoires, mais aussi de différentes années, il est indispensable de disposer d'un système d'assurance qualité externe. C'est pourquoi Agroscope, en collaboration avec WEPAL, effectue régulièrement des essais interlaboratoires sur mandat de l'Office fédéral de l'environnement (OFEV) (OFEFP 2001). A partir du résultat de ces essais, Agroscope publie chaque année une liste de laboratoires qui renseigne sur la participation (concluante) à l'essai interlaboratoires. La mention sur la liste des laboratoires participants est facultative. Cette liste est conçue pour permettre à tous ceux qui ont besoin d'analyses de sol de trouver le laboratoire adéquat.

En 2017, l'évaluation de l'essai interlaboratoires a été remaniée. Désormais, elle sera davantage axée sur l'évaluation de WEPAL, l'organisation partenaire participante. Parallèlement, les critères d'admission dans la liste des laboratoires ont eux aussi été adaptés. Désormais, les prestations seront évaluées sur la base des deux dernières années civiles. La fréquence de participation est limitée à deux trimestres (1er et 3e) par an, ce qui est censé rendre l'essai plus attrayant pour les laboratoires de petite et moyenne taille. Outre l'évaluation jusqu'ici avec le score Z, les essais prennent actuellement en compte une distribution attendue spécifique au produit analysé.

Ce rapport présente les nouvelles méthodes et les nouveaux critères en vigueur pour l'évaluation des résultats des essais interlaboratoires et pour l'établissement de la liste des laboratoires. Il remplace le rapport « Essai interlaboratoires » qui paraissait une fois par an. Les évaluations spécifiques aux laboratoires ne figurent plus, elles peuvent être consultées dans les rapports annuels et trimestriels de WEPAL. La liste des laboratoires continuera à paraître une fois par an, elle sera désormais complétée par des données sur la comparabilité des laboratoires.

1 Liste publique des laboratoires

1.1 Objectif et contenu

La liste des laboratoires fournit des informations sur l'exactitude des résultats d'un laboratoire (critère de qualité) et prend en compte les résultats des deux dernières années civiles. La liste des laboratoires est une liste positive, c'est-à-dire qu'elle indique seulement les laboratoires qui ont réussi. Elle ne contient aucune information sur les laboratoires qui n'ont pas participé ou ceux qui ont échoué. Les résultats individuels des laboratoires (données initiales) et les évaluations spécifiques aux laboratoires sont compilés dans les rapports trimestriels ISE et SETOC de WEPAL et peuvent être demandés aux laboratoires concernés. Le rapport ne contient plus ni tableaux, ni graphiques (tels que les établissait le NABO de 1995 à 2016, cf. Wächter (2016)).

1.2 Critères d'établissement de la liste des laboratoires

La qualité des résultats de laboratoire est évaluée selon le chapitre 2.2 et est résumée selon les critères ci-dessous. Les résultats sont évalués chaque année et sont communiqués aux laboratoires sous forme anonyme pour prise de position. La mention du laboratoire sur la liste publique est facultative et doit être confirmée par écrit chaque année.

1. La liste inclut tous les laboratoires qui ont envoyé au moins un résultat valable.
2. Un échantillon est considéré comme évaluable à partir du moment où il est mis en valeur. Si la valeur théorique (pour $N > 7$: moyenne NDA, sinon médiane) moins la distribution attendue (cf. chapitre 4.2) et plus basse que la limite de détection maximale (cf. chapitre 3.4), l'échantillon est exclu de l'évaluation pour ce paramètre.
3. Le critère de qualité (CQ) d'un paramètre est satisfait si au moins 75 % des échantillons qui entrent en ligne de compte suffisent aux critères de qualité mentionnés au point 6 dans le chapitre 4.1. Si le critère de qualité ne peut être déterminé par manque de données, le critère de participation est identifié séparément dans la liste des laboratoires.
4. Le critère de participation est satisfait si
 - le laboratoire a participé au moins 4 x dans les deux dernières années civiles (1^{er} et 3^{ème} semestres) et si
 - 75 % des résultats ont été envoyés. Les échantillons envoyés à plusieurs reprises ne sont pris en compte qu'une seule fois (1^{ère} mesure) (CP1)
 - ou si, le critère de qualité avait été satisfait l'année précédente et le laboratoire a participé durant l'année en cours. (CP2)

1.3 Comparabilité des laboratoires, proche de la pratique

La comparabilité a été calculée sur la base des résultats validés (sans les valeurs aberrantes (**)). Ceci exprime une comparabilité proche de la routine - et donc plus réaliste - des valeurs des analyses de polluants dans les sols. La comparabilité est démontrée à hauteur de la valeur cible pour env. 95 % des résultats de laboratoire (± 2 écart-type). Plus l'écart-type relatif est faible (CV), meilleure est la comparabilité. Les régression permettent de calculer les variations relatives des résultats pour différents niveaux de concentrations à condition que les données s'y prêtent.

Jusqu'ici, ces informations étaient publiées dans les rapports annuels des essais interlaboratoires (Wächter 2016). Elles font désormais partie de la liste des laboratoires.

1.4 Publication

La lise publique des laboratoires est actualisée chaque année et peut être consultée sur le site d'Agroscope : www.nabo.admin.ch → Service → Essais interlaboratoires OSol

1.5 Autres prestataires d'essais interlaboratoires

Les laboratoires peuvent demander aux responsables des essais interlaboratoires à remettre des résultats provenant d'autres prestataires pour la liste publique des laboratoires.

Les conditions requises sont les suivantes:

- Le prestataire d'essais interlaboratoires est accrédité selon ISO/IEC 17043.
- Le paramètre d'analyse ne fait pas déjà l'objet d'une évaluation statistique dans le programme d'essais interlaboratoires OSol.
- La matrice de test est comparable pour le sol ou les sédiments.
- La collaboration, l'échange de données, les délais de livraison des échantillons, etc. sont définis au préalable par écrit avec les responsables des essais interlaboratoires.

2 Essais interlaboratoires OSol

2.1 Organisation et déroulement

Agroscope organise l'essai interlaboratoires OSol avec les programmes «Wageningen Evaluating Programmes for Analytical Laboratories» (WEPAL, www.wepal.nl) de l'Université de Wageningen. Les programmes sont au nombre de deux : le programme «International Soil-analytical Exchange» (ISE) et le programme «International Sediment Exchange for Tests on Organic Contaminants» (SETOC). Il est possible de s'inscrire à tout moment auprès des responsables de l'essai interlaboratoires et de WEPAL.

En janvier, avril, juillet et octobre, WEPAL envoie quatre échantillons représentatifs et codés pour chacun des programmes ISE et SETOC. Les résultats doivent être remis à WEPAL aux dates suivantes:

1er trimestre (janvier - mars): avant le 1er avril

2ème trimestre (avril - juin): avant le 1er juillet (participation facultative)

3ème trimestre (juillet - septembre): avant le 1er octobre

4ème trimestre (octobre - décembre): avant le 1er janvier (participation facultative)

La liste publique des laboratoires ne prend en compte que les résultats des 1er et 3ème trimestres. Il est possible de participer aux autres séries de manière facultative. Pour les nouveaux venus, tous les trimestres peuvent être pris en compte la première année.

Remarque: Les PCDD/F du programme SETOC ne sont analysés que dans les échantillons du 1er trimestre.

Les résultats parvenus dans les délais figurent dans les rapports trimestriels (ISE-/SETOC « Quarterly reports ») et sont mis à disposition des laboratoires en ligne. C'est au participant de contrôler que les résultats ne présentent pas d'erreurs (par exemple confusion d'échantillons ou d'unités). Dans les rapports annuels (« Annual Reports ») qui paraissent en mai ou juin de l'année suivante, seules sont corrigées les erreurs dues à l'envoi.

Agroscope établit la liste provisoire des laboratoires à partir des données WEPAL des deux dernières années civiles. L'essai interlaboratoires OSol est confidentiel (codage des laboratoires), seuls les participants désirant explicitement communiquer leur identité, figurent sur la liste publique des laboratoires actualisée chaque année (test d'aptitude). L'organisation est résumée dans le schéma ci-dessous:

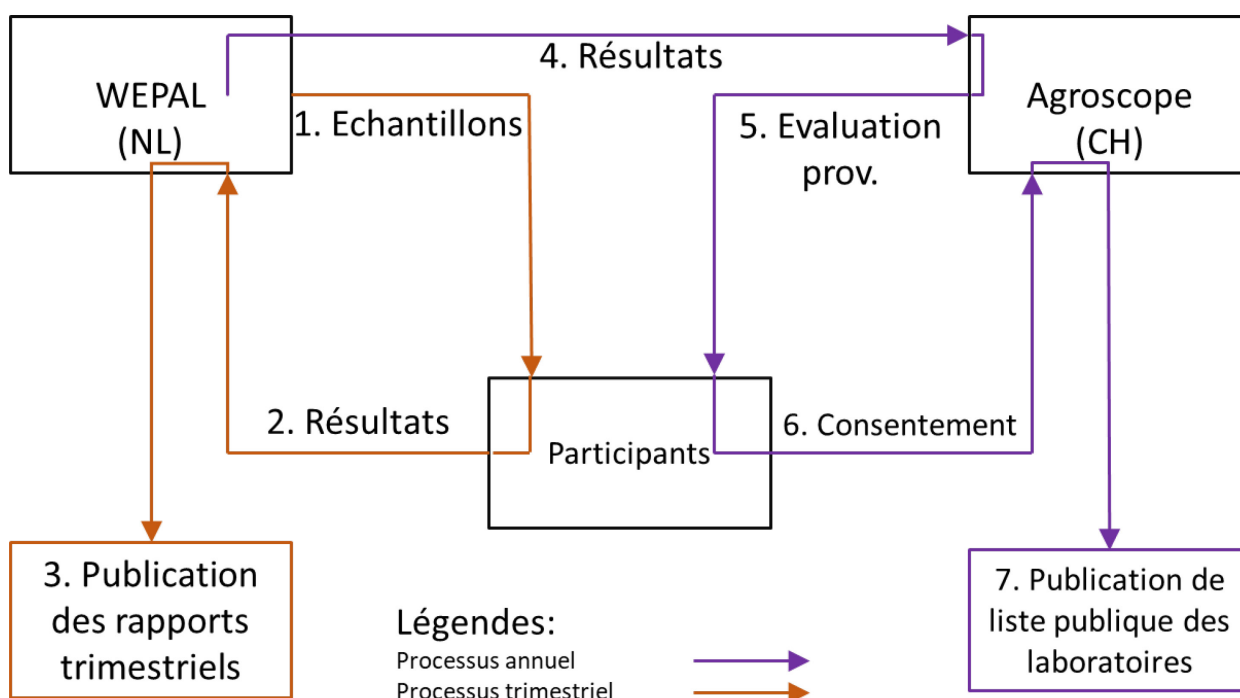


Figure 1: Représentation schématique des acteurs et du flux d'information

2.2 Conditions de participation

Hormis une contribution financière, WEPAL n'impose aucune condition de participation. L'inscription à l'essai interlaboratoires OSol fixe par contre les conditions de participation suivantes:

- Suivi des méthodes de référence (cf. chapitre 3)
- Traitement équivalent des échantillons participant à l'essai interlaboratoires OSol et des échantillons de routine (mêmes conditions de stockage, de préparation de l'échantillon, d'analyse, même nombre de répétitions, etc.)
- Respect de la limite de détection maximale (cf. chapitre 3.4)

3 Programme et consignes d'analyse

Les paramètres de la liste des laboratoires n'incluent que partiellement les programmes ISE et SETOC et reposent avant tout sur les polluants du sol pour lesquels les annexes 1 et 2 de l'OSol (1998) spécifient des valeurs indicatives, des seuils d'investigation et des valeurs d'assainissement.

3.1 Polluants inorganiques (Programme ISE)

L'OSol (1998) opère une distinction entre « teneurs totales » et « teneurs solubles » :

Teneurs totales OSol:

Extraction avec c(HNO₃) 2 mol/l: Cd, Co¹, Cr, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb, Tl, Zn

Extraction avec des tablettes de NaOH: F

Teneurs solubles OSol:

Extraction avec c(NaNO₃) 0.1 mol/l: Cd, Cu, Ni, Pb, Zn

Extraction à l'eau: F

Les consignes d'extraction figurent dans la dernière édition des méthodes de référence suisses des Stations fédérales de recherches agronomiques (vol. 3) (à commander à Agroscope, Reckenholzstrasse 191, 8046 Zurich).

Il n'existe pas de consigne concernant la méthode de mesure des produits d'extraction, le choix des appareils de mesure est libre. On se reportera aux méthodes de référence mentionnées ci-dessus à titre indicatif.

3.2 Polluants organiques (Programme SETOC)

PAH: 16 substances selon « EPA-priority pollutants list »:

Naphtalène, acénaphthylène, acénaphthène, fluorène, phénanthrène, anthracène, fluoranthène, pyrène, benzo(a)anthracène, chrysène, benzo(b)fluoranthène, benzo(k)fluoranthène, benzo(a)pyrène, indéno(1,2,3-c,d)pyrène, dibenzo(a,h)anthracène, benzo(g,h,i)perylène et somme des 16 PAH

PCB: 7 isomères IUPAC-n°

28, 52, 101, 118, 138, 153, 180 et somme des 7 PCB

PCDD/F: 17 congénères toxiques des polychlorodibenzoparadioxines et des polychlorodibenzofuranes (OFEFP 1997: 127):

| | | |
|-----------------------|---------------------|------------------------|
| - 2,3,7,8,-Cl4DD | - Cl8DD | - 1,2,3,6,7,8-Cl6DF |
| - 1,2,3,7,8-Cl5DD | - 2,3,7,8-Cl4DF | - 2,3,4,6,7,8-Cl6DF |
| - 1,2,3,4,7,8-Cl6DD | - 2,3,4,7,8-Cl5DF | - 1,2,3,4,6,7,8-Cl7DF |
| - 1,2,3,7,8,9-Cl6DD | - 1,2,3,7,8-Cl5DF | - 1,2,3,4,7,8,9,-Cl7DF |
| - 1,2,3,6,7,8-Cl6DD | - 1,2,3,4,7,8-Cl6DF | - Cl8DF |
| - 1,2,3,4,6,7,8-Cl7DD | - 1,2,3,7,8,9-Cl6DF | |

Pour les micropolluants organiques, le choix des méthodes d'analyse est libre. Un exemple de méthode pour les PAH et PCB est disponible sur le site du NABO.

L'exemple de méthode peut être téléchargé ici:

http://www.bafu.admin.ch/bodenschutz/10161/10178/index.html?lang=de&download=NHZLpZeg7t.Inp6l0NTU042l2Z6ln1acy4Zn4Z2qZpnO2YuqZ26gpJCDfYJ_gmym162epYbg2c_JjKbNoKSn6A--

¹ Eléments de programme de l'Ordonnance antérieure OSol (1986)

Les consignes d'analyses figurent dans les instructions éditées par l'Office fédéral de l'environnement, des forêts et du paysage:

www.bafu.admin.ch → publications

- Concept d'assurance de la qualité (Oehme 2005)
- Détermination des PAH dans les sols à l'aide de GC/MS (Oehme 2001)
- Détermination des PCB dans les sols à l'aide de GC/MS (Oehme 2003)

3.3 Autres polluants ou propriétés des sols

En principe, il est possible que les propriétés des sols ou les polluants typiques de la Suisse soient admis dans le programme ISE ou SETOC. Il suffit qu'il y ait un nombre suffisant de laboratoires qui participent (au moins 7). Les nouveaux paramètres sont alors automatiquement évalués dans les rapports du WEPAL, mais ils ne sont pas automatiquement intégrés à la liste publique des laboratoires. De nouveaux paramètres peuvent toutefois être admis en accord avec les responsables de l'essai interlaboratoires et du WEPAL.

3.4 Limite de détection maximale

Dans la pratique, il est courant d'indiquer le résultat des échantillons ayant de très faibles teneurs comme des « valeurs inférieures » (abrégié « valeurs < »). Ces résultats indiquent que la teneur de l'échantillon se situe en dessous de la limite de détection indiquée par le laboratoire.

Les limites de détection maximale pour les différents produits analysés (autrefois appelées « valeurs <°maximales acceptées » (Wächter 2016)) s'appuient sur les valeurs indicatives de l'OSol et sont listées dans le tableau 1 (métaux lourds) et 2 (polluants organiques). Pour l'évaluation, voir chap. 4.1 point Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden. et suiv.

Tableau 1: Métaux lourds: limite de détection maximale par rapport aux teneurs naturelles basses et aux valeurs indicatives

| Teneurs totales OSol | | | |
|-----------------------|------------------------------|--|------------------------|
| Paramètre | Limite de détection maximale | Quantiles 10 % des sites NABO (Meuli et al., 2014) | Valeur indicative OSol |
| | (mg/kg) | (mg/kg) | (mg/kg) |
| Cd-tot | 0.05 | 0.14 | 0.8 |
| Co-tot | 0.5 | 4.2 | 25 ¹⁾ |
| Cr-tot | 5 | 13.8 | 50 |
| Cu-tot | 2.5 | 9.3 | 40 |
| Hg-tot | 0.01 | 0.04 | 0.5 |
| Mo-tot | 0.25 | 0.1 | 5 |
| Ni-tot | 2.5 | 13.0 | 50 |
| Pb-tot | 5 | 16.6 | 50 |
| Tl-tot | 0.05 | 0.06 | 1.0 ¹⁾ |
| Zn-tot | 5 | 37.1 | 150 |
| F-tot | 25 | 262 | 700 |
| Teneurs solubles OSol | | | |
| Cd-sol | 0.005 | 0.0005 | 0.02 |
| Cu-sol | 0.05 | 0.03 | 0.7 |
| Ni-sol | 0.025 | 0.005 | 0.2 |
| Pb-sol | 0.025 | 0.001 | 1.0 ¹⁾ |
| Zn-sol | 0.05 | 0.01 | 0.5 |
| F-sol | 2.5 | 2.0 | 20 |

¹⁾ Valeur indicative selon OSol (1986)

Tableau 2: Polluants organiques: limite de détection maximale

| Hydrocarbures polycycliques aromatiques (PAH) | | Limite de détection maximale | | Quantiles 10 % des sites NABO * | Valeur indicative OSol µg/kg de MS des sols jusqu'à 15% d'humus µg/dm ³ pour les sols de plus de 15% |
|--|------------------------|-------------------------------------|-------|--|---|
| PAK Σ_1 | Somme des PAH | 280 | µg/kg | 70.0 | 1000 |
| ANA | Acénaphthène | 20 | µg/kg | 1.0 | |
| ANT | Anthracène | 20 | µg/kg | 0.3 | |
| ANY | Acénaphthylène | 20 | µg/kg | 0.3 | |
| BPE | Benzo(g,h,i)perylène | 20 | µg/kg | 1.7 | |
| BaA | Benzo(a)anthracène | 10 | µg/kg | 2.9 | |
| BaP | Benzo(a)pyrène | 10 | µg/kg | 3.2 | 200 |
| BbF | Benzo(b)fluoranthène | 20 | µg/kg | 1.6 | |
| BkF | Benzo(k)fluoranthène | 10 | µg/kg | 3.0 | |
| CHR | Chrysène | 10 | µg/kg | 2.8 | |
| DBA | Dibenzo(a,h)anthr | 20 | µg/kg | 0.6 | |
| FLT | Fluoranthène | 20 | µg/kg | 6.7 | |
| FLU | Fluorène | 20 | µg/kg | 1.0 | |
| IPY | Indéno[1,2,3-cd]pyrène | 20 | µg/kg | 2.9 | |
| NAP | Naphtalène | 20 | µg/kg | 6.5 | |
| PHE | Phénanthrène | 20 | µg/kg | 16.1 | |
| PYR | Pyrène | 20 | µg/kg | 4.3 | |
| Polychlorobiphényles | | | | | |
| PCB Σ_7 | | 13 | µg/kg | 0.65 | 100 |
| PCB-28 | | 1 | µg/kg | 0.05 | |
| PCB-52 | | 2 | µg/kg | 0.09 | |
| PCB-101 | | 2 | µg/kg | 0.46 | |
| PCB-118 | | 2 | µg/kg | 0.23 | |
| PCB-138 | | 2 | µg/kg | 0.53 | |
| PCB-153 | | 2 | µg/kg | 0.54 | |
| PCB-180 | | 2 | µg/kg | 0.32 | |
| Dioxines et furanes (PCDD/F) | | Limite de détection maximale | | Quantiles 10 % des sites NABO ^{2*} | Valeur indicative OSol ng I-TEQ/kg pour les sols jusqu'à 15% d'humus ³ ng I-TEQ /dm ³ pour les sols de plus de 15% d'humus |
| PCDD/F | Somme | 85 | ng/kg | 80.0 | 5 |
| 1,2,3,4,6,7,8- | | 5 | ng/kg | 6.2 | |
| 1,2,3,4,7,8- | | 5 | ng/kg | 0.28 | |
| 1,2,3,6,7,8- | | 5 | ng/kg | 0.50 | |
| 1,2,3,7,8,9- | | 5 | ng/kg | 0.42 | |
| 1,2,3,7,8-Cl ₅ DD | | 5 | ng/kg | 0.41 | |
| 2,3,7,8-Cl ₄ DD | | 5 | ng/kg | 0.11 | |
| Cl ₈ DD | | 5 | ng/kg | 33.0 | |
| 1,2,3,4,6,7,8- | | 5 | ng/kg | 2.8 | |
| 1,2,3,4,7,8,9- | | 5 | ng/kg | 0.51 | |
| 1,2,3,4,7,8-Cl ₆ DF | | 5 | ng/kg | 0.64 | |
| 1,2,3,6,7,8-Cl ₆ DF | | 5 | ng/kg | 0.66 | |
| 1,2,3,7,8,9- | | 5 | ng/kg | 0.46 | |
| 1,2,3,7,8-Cl ₅ DF | | 5 | ng/kg | 0.16 | |
| 2,3,4,6,7,8-Cl ₆ DF | | 5 | ng/kg | 0.80 | |
| 2,3,4,7,8-Cl ₅ DF | | 5 | ng/kg | 0.54 | |
| 2,3,7,8-Cl ₄ DF | | 5 | ng/kg | 0.37 | |
| Cl ₈ DF | | 5 | ng/kg | 4.7 | |

² Calculé d'après Schmid et al. (2005), Desaulles et al. (2008), Bucheli & Brändli (2006) et ou Gubler et al. (2015)

³ I-TEQ = Equivalents de toxicité internationaux

4 Interprétation et évaluation des résultats

L'évaluation destinée à la liste publique des laboratoires est basée sur les rapports trimestriels ISE et SETOC du WEPAL. Les principes et les critères employés sont expliqués dans les chapitres suivants.

4.1 Conditions-cadres et critères d'évaluation de la qualité

1. Les données sont celles des 1er et 3ème trimestres des deux dernières années civiles.
 - Pour les nouveaux venus, les quatre trimestres de la première année peuvent être pris en compte.
2. Les données statistiques médiane, moyenne robuste (NDA), écart-type et valeur Z (Z score) ont été reprises de WEPAL.
Pour les détails relatifs à l'évaluation, voir Cofino (2000) ou les commentaires dans les rapports du WEPAL.
3. Les échantillons envoyés plusieurs fois ne sont évalués qu'une seule fois (au premier passage).
4. Evaluation des paramètres d'après:
 - Z-Score; lorsque le nombre des résultats est d'au moins 8 ($N > 7$).
 - Distribution attendue (cf. chapitre 4.2); entre 3 et 6 résultats, seul l'écart par rapport à la médiane peut être calculé.
5. Un résultat de laboratoire remplit les exigences qualitatives :
 - lorsque l'écart par rapport à la valeur théorique (moyenne NDA) ne dépasse pas ± 2 Z-Score,
 - ou lorsque l'écart relatif par rapport à la valeur théorique (pour $N > 7$: moyenne NDA, sinon médiane) se situe dans la distribution attendue (cf. chapitre 4.2).

4.2 Distribution attendue

L'expérience a montré que l'évaluation avec la valeur Z (Z-Score) était parfois très stricte (Wächter 2016) en raison du faible écart-type (basé sur la statistique de Cofino 2000). Pour y remédier, l'évaluation prend en compte, en plus du Z-Score, la distribution basée sur les années précédentes (cf. Tableau 3). Si le résultat de laboratoire se situe dans la fourchette de distribution de la médiane, il est considéré comme positif (c.-à-d. critère de qualité rempli), même si la valeur du Z-Score est supérieure à 2. L'écart maximal accepté par rapport à la valeur théorique est basé sur les valeurs d'expérience des essais interlaboratoires 1995 – 2015. En principe, on considère que la distribution dépend de la concentration (Horwitz 2006). Lorsque dans les fourchettes de valeurs, l'écart entre la valeur indicative et le seuil d'investigation est supérieur à 5 %, les fourchettes de valeurs sont regroupées. Les résultats détaillés se trouvent dans l'annexe 5.

Tableau 3: Distribution attendue pour l'évaluation

| Elément | Fourchette de valeurs | Ecart max. |
|--|-----------------------|------------|
| Teneurs totales OSol Métaux lourds | mg/kg | % |
| Cd-tot | allg. | 15 |
| Co-tot | allg. | 10 |
| Cr-tot | allg. | 10 |
| Cu-tot | allg. | 10 |
| Hg-tot | allg. | 15 |
| Mo-tot | allg. | 10 |
| Ni-tot | allg. | 10 |
| Pb-tot | allg. | 10 |
| Tl-tot | allg. | 30 |
| Zn-tot | allg. | 10 |
| F-tot | allg. | 15 |
| Teneurs solubles OSol Métaux lourds | mg/kg | % |
| Cd-sol | < 0.1 | 25 |
| | ≥ 0.1 | 15 |
| Cu-sol | allg. | 20 |
| Ni-sol | allg. | 25 |
| Pb-sol | allg. | 15 |
| Zn-sol | < 5 | 20 |
| | ≥ 5 | 10 |
| F-sol | allg. | 20 |
| Hydrocarbures aromatiques polycycliques (PAH) | mg/kg | % |
| Somme des PAH [EPA-16] | allg. | 35 |
| Benzo(a)pyrène | μg/kg | % |
| | < 200 | 55 |
| | ≥ 200 | 45 |
| Polychlorobiphényles (PCB) | μg/kg | % |
| Somme des PCB (7 isomères IUPAC) | allg. | 45 |
| Dioxines et furanes (PCDD/F) | ng/kg | % |
| Somme des PCDD/F | allg. | 130 |

La distribution attendue pour la dioxine et le furane (PCDD/F) a été calculée selon Horwitz (2006) car les données des essais interlaboratoires ne suffisaient pas.

Remerciements

Je tiens à remercier Rico Ryser (Analyse environnementale, canton BE) ainsi que Christian Balsiger et son équipe (AWEL, canton ZH) pour les discussions et les idées apportées.

Mes remerciements vont également à la Section Sols de la Division Sols et biotechnologie de l'Office fédérale de l'environnement (OFEV) pour le soutien et la confiance apportés.

Bibliographie

- BUWAL, 1997. Dioxine und Furane. Schriftenreihe Umwelt Nr. 290. Bundesamt für Umwelt, Wald und Landschaft (Hrsg.). 3003 Bern.
- OFEFP, 2001. Commentaires relatifs à l'Ordonnance sur les atteintes portées au sol (OSol). VU-4809-D. Office fédéral de l'environnement, des forêts et du paysage (OFEFP), Berne.
- COFINO, W.P. et al., 2000. A new model for the inference of population characteristics from experimental data using uncertainties.
- Desaules, A., Ammann, S., Blum, F., Brandli, R.C., Bucheli, T.D., Keller, A., 2008. PAH and PCB in soils of Switzerland - status and critical review. *Journal of Environmental Monitoring* 10, 1265-1277.
- Gubler, A., Wächter, D., Blum, F., Bucheli, T.D., 2015. Remarkably constant PAH concentrations in Swiss soils over the last 30 years. *Environmental Science-Processes & Impacts* 17, 1816-1828.
- Horwitz, W., Kamps, L.R. & Boyer, K.W., 1980. Quality Assurance in the Analysis of Foods for Trace Constituents. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 63(6): pp. 1344-1354.
- Horwitz, W. & Albert, R., 2006. The Horwitz Ratio (HorRat): A useful index of method performance with respect to precision. *J. AOAC Int.*, 89: pp. 1095-1109.
- Keller, T. & Desaules, A., 2001. Böden der Schweiz – Schadstoffgehalte und Orientierungswerte (1990-1996). Umwelt-Materialien Nr. 139. Bundesamt für Umwelt, Wald und Landschaft (BUWAL), CH-3003 Bern. 115 pp.
- Meuli, R.G., Schwab, P., Wächter, D., Ammann, S., 2014. Ergebnisse der Nationalen Bodenbeobachtung (NABO). Zustand und Entwicklung 1985 – 2004. Bundesamt für Umwelt (BAFU), Umwelt-Wissen Nr 1409: 94 p.
- Oehme, M., 2001. Wegleitung Bestimmung von polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen in Böden mittels GC/MS - Methodenempfehlung. Bundesamt für Umwelt, Wald und Landschaft (BUWAL), 3003 Bern. 27 pp.
- Oehme, M., 2003. Wegleitung Bestimmung von polychlorierten Biphenylen in Böden mittels GC/MS - Methodenempfehlung. Bundesamt für Umwelt, Wald und Landschaft (BUWAL), 3003 Bern. 26 pp.
- Oehme, M., 2005. Quality Assurance Concept - Analysis of PAH, PCB and Dioxins in Soil. Swiss Agency for Environment, Forests and Landscape SAFEL (ed.), 3003 Bern. 35 pp.
- Schmid, P., Gujer, E., Zennegg, M., Bucheli, T.D., Desaules, A., 2005. Correlation of PCDD/F and PCB concentrations in soil samples from the Swiss soil monitoring network (NABO) to specific parameters of the observation sites. *Chemosphere* 58, 227-234.
- OSol, 1998. Ordonnance sur les atteintes portées au sol (OSol) du 1er juillet 1998, état 12.04.2016, RS 814.12.
- Osol, 1986. Ordonnance du 9 juin 1986 sur les polluants du sol. RS 814.12. (supprimé).
- Wächter, D. (2016). Essai interlaboratoire OSol 2015. Zurich, Agroscope, N° 212

Annexe

5 Valeurs attendues

5.1 Métaux lourds

Tableau 4: Valeurs attendues pour les métaux lourds

| Elément | Valeur seuil mg/kg de MS | Essais interlaboratoires 1995-2015 2 CV % | Horwitz (2006) | | | Ecart max. par rapport à la moyenne % |
|---------|-----------------------------|---|----------------|------|---------|--|
| | | | Hor*0.5 | Horw | Horw *2 | |
| | | | % | % | % | |
| Cd-tot | 0.8 | 15.7 | 8.2 | 16.4 | 32.9 | 15.0 |
| | 2 | 11.1 | 7.2 | 14.3 | 28.6 | 10.0 |
| | 30 | 4.0 | 4.8 | 9.5 | 19.1 | 5.0 |
| Co-tot | 25 | 8.9 | 4.9 | 9.8 | 19.6 | 10.0 |
| Cr-tot | 50 | 11.3 | 4.4 | 8.8 | 17.7 | 10.0 |
| Cu-tot | 40 | 9.0 | 4.6 | 9.1 | 18.3 | 10.0 |
| | 150 | 6.7 | 3.7 | 7.5 | 15.0 | 5.0 |
| | 1000 | 4.3 | 2.8 | 5.6 | 11.3 | 5.0 |
| Hg-tot | 0.5 | 13.8 | 8.8 | 17.6 | 35.3 | 15.0 |
| Mo-tot | 5 | 8.9 | 6.2 | 12.5 | 25.0 | 10.0 |
| Ni-tot | 50 | 9.9 | 4.4 | 8.8 | 17.7 | 10.0 |
| Pb-tot | 50 | 11.1 | 4.4 | 8.8 | 17.7 | 10.0 |
| | 200 | 8.3 | 3.6 | 7.2 | 14.4 | 10.0 |
| | 2000 | 5.1 | 2.5 | 5.1 | 10.2 | 5.0 |
| Tl-tot | 1 | 34.2 | 7.9 | 15.9 | 31.8 | 35.0 |
| Zn-tot | 150 | 9.2 | 3.7 | 7.5 | 15.0 | 10.0 |
| | 200 | 8.6 | 3.6 | 7.2 | 14.4 | 10.0 |
| | 2000 | 5.0 | 2.5 | 5.1 | 10.2 | 5.0 |
| F-tot | 700 | 13.0 | 3.0 | 5.9 | 11.9 | 15.0 |
| Cd-sol | 0.02 | 23.2 | 14.3 | 28.6 | 57.1 | 25.0 |
| | 0.1 | 17.0 | 11.2 | 22.4 | 44.9 | 15.0 |
| Cu-sol | 0.7 | 17.8 | 8.4 | 16.8 | 33.5 | 20.0 |
| | 0.4 | 21.2 | 9.1 | 18.2 | 36.5 | 20.0 |
| Ni-sol | 0.2 | 26.0 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 25.0 |
| Pb-sol | 1 | 16.0 | 7.9 | 15.9 | 31.8 | 15.0 |
| Zn-sol | 0.5 | 22.0 | 8.8 | 17.6 | 35.3 | 20.0 |
| | 5 | 10.1 | 6.2 | 12.5 | 25.0 | 10.0 |
| F-sol | 20 | 19.0 | 5.1 | 10.1 | 20.3 | 20.0 |

5.2 Polluants organiques

Tableau 5: Valeurs attendues pour les polluants organiques

| Paramètre | Valeur de référence | Essais interlaboratoires 1995-2015 2 CV | Horwitz (2006) | | | Ecart max. par rapport à la moyenne |
|--|---------------------|--|----------------|------|---------|-------------------------------------|
| | | | Hor*0.5 | Horw | Horw *2 | |
| Hydrocarbures aromatiques polycycliques (PAH) | | | | | | |
| | mg/kg | % | | | | |
| Somme des PAH | 1 | 33.7 | 7.9 | 15.9 | 31.8 | 35 |
| | 20 | 36 | 5.1 | 10.1 | 20.3 | 35 |
| | 100 | 38 | 4.0 | 8.0 | 15.9 | 40 |
| | µg/kg | % | | | | |
| Acénaphthène | 200 | 83 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 85 |
| Acénaphthylène | 200 | 141 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 140 |
| Anthracène | 200 | 69 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 70 |
| Benzo(b)fluoranthène | 200 | 72 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 70 |
| Benzo(a)anthracène | 100 | 55 | 11.2 | 22.4 | 44.9 | 55 |
| Benzo(a)pyrène | 200 | 57 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 55 |
| | 2'000 | 51 | 7.2 | 14.3 | 28.6 | 50 |
| | 10'000 | 47 | 5.6 | 11.2 | 22.5 | 45 |
| Benzo(g,h,i)perylène | 200 | 66 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 65 |
| Benzo(k)fluoranthène | 100 | 71 | 11.2 | 22.4 | 44.9 | 70 |
| Chrysène | 100 | 60 | 11.2 | 22.4 | 44.9 | 60 |
| Dibenzo(a,h)anthracène | 200 | 89 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 90 |
| Fluoranthène | 200 | 53 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 55 |
| Fluorène | 200 | 71 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 70 |
| Indéno[1,2,3-cd]pyrène | 200 | 72 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 70 |
| Naphtalène | 200 | 95 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 95 |
| Phénanthrène | 200 | 57 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 55 |
| Pyrène | 200 | 50 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 50 |
| Polychlorobiphényles (PCB) | | | | | | |
| | µg/kg | % | | | | |
| Somme des PCB | 200 | 45 | 10.1 | 20.2 | 40.4 | 45 |
| | 1'000 | 44 | 7.9 | 15.9 | 31.8 | 45 |
| PCB 028 | 20 | 85 | 14.3 | 28.6 | 57.1 | 85 |
| PCB 052 | 20 | 90 | 14.3 | 28.6 | 57.1 | 90 |
| PCB 101 | 20 | 80 | 14.3 | 28.6 | 57.1 | 80 |
| PCB 118 | 20 | 76 | 14.3 | 28.6 | 57.1 | 75 |
| PCB 138 | 20 | 88 | 14.3 | 28.6 | 57.1 | 90 |
| PCB 153 | 20 | 80 | 14.3 | 28.6 | 57.1 | 80 |
| PCB 180 | 20 | 80 | 14.3 | 28.6 | 57.1 | 80 |
| Dioxines et furanes (PCDD/F) | | | | | | |
| | ng/kg | | | | | |
| Somme des PCDD/F | 85 | | 32 | 65 | 130 | 130 |