NORME INTERNATIONALE

ISO 16308

Première édition
2014-09-15

Qualité de l'eau — Détermination du glyphosate et de l'AMPA — Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) avec détection par spectrométrie de masse en tandem

Water quality — Determination of glyphosate and AMPA — Method using high performance liquid chromatography (HPLC) with tandem mass spectrometric detection

Numéro de référence
ISO 16308:2014(F)

© ISO 2014



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **iv**
Introduction ..... **v**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Principe **1**
4 Interférences **2**
5 Réactifs **2**
6 Appareillage **4**
7 Échantillonnage **5**
8 Mode opératoire **5**
8.1 Prétraitement (matières en suspension) 5
8.2 Séparation et dérivation du chélate 5
8.3 Préconcentration 6
8.4 Dosage chromatographique 7
8.5 Identification et confirmation des analytes 8
8.6 Contrôle des témoins à blanc 8
9 Étalonnage **8**
9.1 Gammes de concentration 8
9.2 Étalonnage en matrice 9
9.3 Étalonnage avec étalon interne 10
10 Expression des résultats **11**
11 Rapport d'essai **11**
Annexe A (informative) **Données de performance** **12**
Annexe B (informative) **Exemples de conditions chromatographiques** **15**
Annexe C (informative) **Exemples de chromatogrammes** **16**
Annexe D (informative) **Analyse du glufosinate** **17**
Annexe E (informative) **Prétraitement d'échantillons d'eau dure** **21**
Bibliographie **23**

© ISO 2014 – Tous droits réservés

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

 © ISO 2014 – Tous droits réservés

Introduction

Le glyphosate [*N*-(phosphonométhyl)glycine] est un herbicide à large spectre non sélectif. L'efficacité de ce composé en fait l'herbicide le plus vendu et le plus utilisé au monde depuis son arrivée sur le marché en 1974. Associé à son principal produit de dégradation, l'acide aminométhylphosphonique (AMPA), le glyphosate est l'une des substances les plus fréquemment détectées dans les masses d'eau de la plupart des pays développés. À noter toutefois que l'AMPA peut également provenir des rejets liées au traitement des eaux usées (par exemple, en raison de la dégradation des formulations détergentes pour textiles).

Le glyphosate et l'AMPA appartiennent à la famille des aminophosphonates et possèdent des propriétés physico-chimiques nécessitant la mise en œuvre de méthodes d'analyse complexes pour l'analyse et la détection. La difficulté d'analyse est principalement liée à la haute solubilité du glyphosate et de l'AMPA ainsi qu'à leur fonction chélatante. Pour résoudre ces problèmes, leur dérivation pré-colonne est effectuée avec du 9-fluorénylméthylchloroformiate (FMOC-Cl) pour former des dérivés moins polaires, ce qui permet une meilleure séparation par chromatographie en phase liquide.

Le glufosinate, un autre membre de la famille des aminophosphonates, est moins concerné par les réglementations et peut être dosé simultanément, à condition de prouver l'absence d'interférence avec l'échantillon soumis à l'analyse.

Il existe actuellement une Norme internationale dédiée au dosage par chromatographie en phase liquide et par détection fluorimétrique; néanmoins, le dosage par CLHP-ESI-SM/SM peut être bien plus spécifique (identification univoque) et plus sensible (limites de quantification d'environ 30 ng/l pour le glyphosate et l'AMPA). La présente Norme internationale repose sur cette technique d'analyse et s'adresse aux laboratoires impliqués dans le contrôle réglementaire du milieu aquatique. La majorité de ces laboratoires est désormais équipée de ce type d'appareillage.

© ISO 2014 – Tous droits réservés

Qualité de l'eau — Détermination du glyphosate et de l'AMPA — Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) avec détection par spectrométrie de masse en tandem

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter de tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente norme d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est indispensable que les essais menés selon la présente Norme internationale soient effectués par un personnel qualifié de manière adéquate.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la fraction dissoute de glyphosate et de son principal métabolite, l'acide aminométhylphosphonique (AMPA) dans l'eau potable, l'eau souterraine et l'eau de surface à des concentrations de 0,03 µg/l à 1,5 µg/l. Elle ne s'applique pas à l'eau de mer ou à l'eau salée. Cette méthode peut s'appliquer à d'autres types d'eaux à condition qu'elle soit validée pour chaque cas.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Conservation et manipulation des échantillons d'eau*

ISO 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage*

3 Principe

Le glyphosate et l'AMPA (fraction dissoute après filtration) sont dérivés en utilisant du 9-fluorénylméthylchloroformiate (FMOC-Cl) (5.17) pour réduire leur polarité et augmenter la rétention des composés lors de leur séparation sur une colonne de chromatographie en phase inverse (par exemple, C18) ainsi que pour l'amélioration de la détection par spectrométrie de masse. Si le spectromètre de masse a une capacité de détection suffisante, il est possible d'omettre l'extraction en phase solide et d'analyser des analytes par injection directe (voir 8.2.1).

L'échantillon dérivé est purifié par extraction liquide-liquide puis concentré par extraction en phase solide (SPE).

L'analyse est effectuée en réalisant une chromatographie en phase liquide à haute performance couplée à une spectrométrie de masse en tandem via une source électrospray (CLHP-ESI-SM/SM), en utilisant l'étalonnage en matrice.

© ISO 2014 – Tous droits réservés