NORME INTERNATIONALE

ISO 18635

Première édition
2016-04-01

Qualité de l'eau — Détermination des alcanes polychlorés à chaîne courte dans les sédiments et matières en suspension (particules) — Méthode par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CPG-SM) et ionisation chimique négative (ICN)

Water quality — Determination of short-chain polychlorinated alkanes (SCCPs) in sediment, sewage sludge and suspended (particulate) matter — Method using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and electron capture negative ionization (ECNI)

Numéro de référence
ISO 18635:2016(F)

© ISO 2016



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **iv**
Introduction ..... **v**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Principe **2**
4 Interférences **2**
5 Réactifs **3**
6 Appareillage **6**
7 Échantillonnage et prétraitement des échantillons **7**
8 Mode opératoire **7**
8.1 Extraction 7
8.2 Purification de l'extrait 8
8.3 Mesurage et intégration du chromatogramme 8
8.4 Étalonnage 9
8.4.1 Généralités 9
8.4.2 Étalonnage de base 9
8.4.3 Identification et quantification au moyen de combinaisons de fragments massiques 10
8.4.4 Calcul des résultats 11
8.4.5 Contrôles qualité de l'étalonnage interne 11
9 Expression des résultats **12**
10 Rapport d'essai **12**
Annexe A (normative) **Programmation de l'extraction par fluide pressurisé** **13**
Annexe B (informative) **Explication de l'étalonnage de la somme des SCCP par régression linéaire multiple** **14**
Annexe C (informative) **Exemples de conditions types de CG/SM** **19**
Annexe D (normative) **Autre méthode de purification par chromatographie sur colonne** **23**
Annexe E (informative) **Autre méthode de purification par chromatographie d'exclusion stérique** **25**
Annexe F (informative) **Chromatogrammes types des solutions étalons de 1 µg/ml** **26**
Annexe G (informative) **Représentation de la qualité de l'ajustement de l'étalonnage** **27**
Annexe H (informative) **Exemple de récupération des solutions de contrôle qualité** **28**
Annexe I (informative) **Chromatogrammes d'échantillons réels** **30**
Annexe J (informative) **Données de performance** **32**
Annexe K (informative) **Solutions de contrôle qualité** **33**
Bibliographie **34**

© ISO 2016 – 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.

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 2016 – Tous droits réservés

Introduction

Il convient que l'utilisateur ait à l'esprit que des problèmes particuliers sont susceptibles de nécessiter la spécification de conditions spécifiques supplémentaires.

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Qualité de l'eau — Détermination des alcanes polychlorés à chaîne courte dans les sédiments et matières en suspension (particules) — Méthode par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CPG-SM) et ionisation chimique négative (ICN)

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document 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 le présent document soient effectués par un personnel adéquatement qualifié.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination quantitative de la somme de *n*-alcanes polychlorés à chaîne courte, également connus sous le nom de paraffines polychlorées à chaîne courte (SCCP), ayant une chaîne carbonée comprise entre *n*-C_{10} et *n*-C_{13} inclus, dans des mélanges dont la fraction massique («teneur») de chlore varie de 50 % et 67 %, englobant approximativement 6 000 des 8 000 congénères environ.

La présente méthode est applicable à la détermination de la somme des SCCP dans les sédiments et les matières en suspension (particules), les boues d'épuration et le sol, par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse en mode d'ionisation négative par capture d'électrons (CG-INCE-SM).

Selon la matrice et les capabilités de détection de la CG-INCE-SM, la méthode peut être appliquée aux échantillons contenant, par exemple, de 0,03 µg/g à 3 µg/g de la somme des SCCP.

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 5667-12, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 12: Guide général pour l'échantillonnage des sédiments*

ISO 5667-13, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 13: Lignes directrices pour l'échantillonnage de boues*

ISO 5667-17, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 17: Lignes directrices pour l'échantillonnage des matières solides en suspension*

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*

ISO 12010, *Qualité de l'eau — Détermination des alcanes polychlorés à chaîne courte (SCCP) dans l'eau — Méthode par chromatographie gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) avec ionisation chimique négative (ICN)*

© ISO 2016 – Tous droits réservés

ISO/TS 13530, *Qualité de l'eau — Lignes directrices pour le contrôle de qualité analytique pour l'analyse chimique et physicochimique de l'eau*

3 Principe

Détermination de la somme des SCCP ayant une chaîne carbonée comprise entre *n*-C_{10} à *n*-C_{13} inclus, dans des mélanges techniques et leurs évolutions dans l'environnement dont la fraction massique (« teneur ») en chlore varie de 50 % à 67 % (soit environ 3 atomes à 10 atomes de chlore par molécule), et demeure indépendante du mode de répartition du nombre d'atomes de carbone des congénères. Il n'est pas nécessaire de chercher à connaître la teneur en chlore.

Les échantillons sont dopés avec un étalon interne et extraits par extraction par fluide pressurisé avec un solvant organique. L'étape d'extraction de l'échantillon est suivie d'une étape de purification par chromatographie sur colonne et par chromatographie d'exclusion stérique destinée à éliminer les composés susceptibles de provoquer des interférences. La chromatographie en phase gazeuse (CG) est effectuée sur une colonne capillaire courte, sur une plage étroite de temps de rétention. La détection des fragments massiques sélectionnés est réalisée par spectrométrie de masse (SM) en mode de suivi d'ions sélectionnés fonctionnant en mode d'ionisation négative par capture d'électrons (INCE). Les fragments massiques et les compositions des solutions étalons utilisées dans la présente Norme internationale sont essentiels à l'analyse de la somme des SCCP.

Le chromatogramme des ions sélectionnés est intégré sur la totalité de la plage de temps de rétention des SCCP. La quantification de la somme des SCCP est effectuée après réalisation d'un étalonnage par régression linéaire multiple, obtenu en mesurant des solutions de différents mélanges de SCCP dopés avec un étalon interne.

La somme des SCCP analysés comprend les différents SCCP, y compris leurs diverses teneurs en chlore et les divers modes de répartition de leurs atomes de chlore rencontrés dans les mélanges techniques et dans les compositions de l'environnement. L'étalonnage nécessite au moins trois mélanges étalons avec des compositions différentes.

Ces mélanges étalons reproduisent différents mélanges rencontrés dans l'environnement. Seule la quantification par régression linéaire multiple réalisée avec ces mélanges spécifiques permet de quantifier les divers mélanges de SCCP observés dans l'environnement et dans les compositions techniques décrites dans le domaine d'application et dans la Référence [6]. Il n'est pas possible d'utiliser un seul mélange étalon pour cette tâche complexe.

4 Interférences

Les interférences non spécifiques à la matrice ou provenant d'autres sources environnementales sont prises en compte par l'étape de purification décrite. Une réduction supplémentaire des effets de matrice peut être obtenue en réduisant la résolution de la spectrométrie de masse à 0,4 uma par exemple, ce qui est souvent possible avec un spectromètre de masse quadrupôle. Les masses exactes sont de 374,9588; 410,9169 et 422,9355 (voir la Référence [6]).

En appliquant l'intégralité du protocole, une sélection de polluants chlorés a été soumise à essai et aucun ne s'est avéré provoquer des interférences en deçà des concentrations indiquées dans le Tableau 1.

© ISO 2016 – Tous droits réservés