
**Qualité de l'eau — Dosage des phénols
monovalents sélectionnés —**

Partie 1:

Méthode par chromatographie en phase gazeuse
après enrichissement par extraction

ISO 8165-1:1992
Water quality — Determination of selected monovalent phenols —
Part 1: Gas-chromatographic method after enrichment by extraction



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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8165-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

L'ISO 8165 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Dosage des phénols monovalents sélectionnés*:

- *Partie 1: Méthode par chromatographie en phase gazeuse après enrichissement par extraction*
- *Partie 2: Méthode après dérivatisation au pentafluorobenzoyl bromure*

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation Internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Introduction

Pour déterminer les phénols par chromatographie en phase gazeuse, on peut appliquer plusieurs méthodes de traitement préalable selon le problème à résoudre. En principe, la procédure d'extraction décrite dans la présente Norme internationale peut être appliquée à tous les types d'eaux. Si on les compare aux procédures de dérivation, les limites de détermination que l'on peut atteindre avec la présente procédure ne sont pas aussi basses. D'autre part, les procédures de dérivation sont plus sujettes à des interférences dues à des composés tels que les amines et parfois les alcools, c'est pourquoi ces procédures ne peuvent pas être appliquées à tous les types d'eaux usées.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 8165-1:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2026598-e576-4997-aac5-cd05a33f300d/iso-8165-1-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2026598-e576-4997-aac5-cd05a33f300d/iso-8165-1-1992>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8165-1:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2026598-e576-4997-aac5-cd05a33f300d/iso-8165-1-1992>

Qualité de l'eau — Dosage des phénols monovalents sélectionnés —

Partie 1:

Méthode par chromatographie en phase gazeuse après enrichissement par extraction

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 8165 prescrit une méthode permettant de déterminer les phénols présentés au tableau 1 dans une gamme de concentration allant de 0,1 µg/l à 1 mg/l. La gamme de concentration dépend de la nature des phénols à déterminer et de la méthode chromatographique en phase gazeuse.

On peut également analyser d'autres phénols monovalents conformément à cette procédure, cependant il convient de vérifier qu'elle est bien applicable dans chaque cas particulier.

Tableau 1 — Phénols déterminables à l'aide de cette méthode

Phénol
Méthyl-2-phénol
Méthyl-3-phénol
Méthyl-4-phénol
Diméthyl-2,4-phénol
Ethyl-4-phénol
Di-2,6-tert-butyl-méthyl-4-phénol
Phényl-2-phénol
Benzyl-2-phénol
Benzyl-2-méthyl-4-phénol
Chloro-2-phénol
Chloro-3-phénol
Chloro-4-phénol
Chloro-4-méthyl-2-phénol
Chloro-4-méthyl-3-phénol
Dichloro-2,4-diméthyl-3,5-phénol
Cyclopentyl-2-chloro-4-phénol
Chloro-6-thymol
Dichloro-2,3-phénol
Dichloro-2,4-phénol
Dichloro-2,5-phénol
Dichloro-2,6-phénol
Trichloro-2,4,6-phénol
Trichloro-2,3,5-phénol
Trichloro-2,4,5-phénol
Trichloro-2,3,6-phénol
Tétrachloro-2,3,4,5-phénol
Tétrachloro-2,3,4,6-phénol
Tétrachloro-2,3,5,6-phénol
Pentachlorophénol
Naphtol-1
Naphtol-2
Chloro-6-méthyl-3-phénol
Chloro-2-tert-butyl-4-phénol
Chloro-4-benzyl-2-phénol

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 8165. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 8165 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 5667-2:1991, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 2: Guide général sur les techniques d'échantillonnage.*

ISO 5667-3:1985, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.*

3 Principe

Extraction de l'échantillon non filtré à l'éther éthylique et concentration des composés phénoliques de l'extrait dans des conditions définies. Évaluation par chromatographie en phase gazeuse à l'aide de deux colonnes capillaires de polarités différentes (fractionnement simultanée) et détection par détecteur d'ionisation de flamme (FID) ou par détecteur de capture d'électrons (ECD) dans le cas des polychlorophénols.

4 Interférences

Les agents tensioactifs, les émulsifiants ou les concentrations élevées de solvants polaires tels que l'acétone, le méthanol, etc. affecteront l'extraction. Les particules en suspension dans l'échantillon d'eau peuvent également perturber l'extraction. Une seconde phase liquide dans l'échantillon d'eau (par exemple, composés d'huile minérale, hydrocarbures chlorés hautement volatils, graisses et cires émulsifiées) gêne le traitement préalable et l'extraction. Dans ce cas, seule la phase aqueuse sera examinée et le volume de la phase non aqueuse sera consigné avec les résultats.

Les interférences du système de chromatographie en phase gazeuse peuvent avoir diverses origines et doivent être étudiées par le demandeur à l'aide du manuel d'exploitation.

5 Réactifs

La teneur des monophénols en eau et en réactifs utilisés devrait être négligeable. Le blanc réactif de l'eau devrait être déterminé conformément à 8.3. Si

nécessaire, l'eau devrait être purifiée par distillation d'eau alcalinisée à l'hydroxyde de sodium (NaOH).

5.1 Acide sulfurique, $\rho = 1,84$ g/ml, dilué 1 + 3.

5.2 Solution I d'hydroxyde de sodium, $c = 2$ mol/l.

5.3 Solution II d'hydroxyde de sodium, $c = 0,2$ mol/l.

5.4 Sulfite de sodium (Na_2SO_3).

5.5 Méthanol (CH_3OH).

5.6 Dioxane ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$), fraîchement distillé, si nécessaire.

5.7 Éther éthylique ($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$).

Normalement, l'éther éthylique est stabilisé avec du di-2,6-(tert-butyl) phénol ou du di-2,6-(tert-butyl) méthyl 4-phénol et doit être purifié comme suit avant utilisation.

Ajouter 10 ml de solution I d'hydroxyde de sodium (5.3) à 500 ml d'éther éthylique et distiller sur une colonne de Vigreux de 50 cm de long. Rejeter un résidu de 50 ml. Le résidu peut contenir des peroxydes et doit donc être traité en conséquence.

5.8 Gel de silice, granulométrie: 0,063 mm \times 0,200 mm (mailles de 70 \times 230).

5.9 Diéthylamine ($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}$), fraîchement distillé, si nécessaire.

AVERTISSEMENT — La diéthylamine est toxique.

5.10 Sulfate de sodium (Na_2SO_4), anhydre.

5.11 Solution mère d'étalon interne.

Dissoudre, par exemple, 1 g de dibromo-2,4 ou de dibromo-2,5 phénol dans un litre d'acétone.

1 ml de cette solution contient 1 mg de phénol.

5.12 Solution d'étalon interne.

Diluer, par exemple, 1 ml de solution mère d'étalon interne (5.11) dans de l'acétone à 100 ml.

1 ml de cette solution contient 10 μg de phénol.

5.13 Phénol, solution mère.

Dissoudre, par exemple, 10,0 mg de phénol approprié dans une fiole de dosage de 100 ml dans du méthanol et compléter au volume avec le méthanol.

La solution contient 0,1 mg/ml de phénol approprié.

À la place du méthanol, on peut également utiliser de l'acétone.

Pour la détermination simultanée, on peut dissoudre plusieurs phénols dans le volume approprié de méthanol.

Conserver les solutions dans des flacons en verre brun bouchés hermétiquement et placés dans un réfrigérateur.

5.14 Phénol, solutions étalons.

Introduire, au moyen d'une pipette, 10 ml de la solution mère (5.13) dans une fiole de dosage de 100 ml et compléter au volume avec du méthanol.

La solution contient 0,01 mg/ml de phénol approprié. Préparer les solutions juste avant de les utiliser.

6 Appareillage

6.1 Flacons de stockage, en verre brun de 250 ml et 1 000 ml.

6.2 Bain-marie.

6.3 Appareil de distillation pour la distillation des solvants, par exemple ballon à fond rond de 1 000 ml, tête de colonne, condenseur, adaptateur, récepteur, par exemple ballon à fond rond de 1 000 ml.

6.4 Appareil de distillation pour la concentration de l'extrait, composé de: ballons à fond rond de 250 ml à extrémité conique, tube d'arrivée du gaz, tête de colonne, thermomètre, condenseur, adaptateur et récepteur, par exemple, ballon à fond rond de 50 ml. (Voir figure 1.)

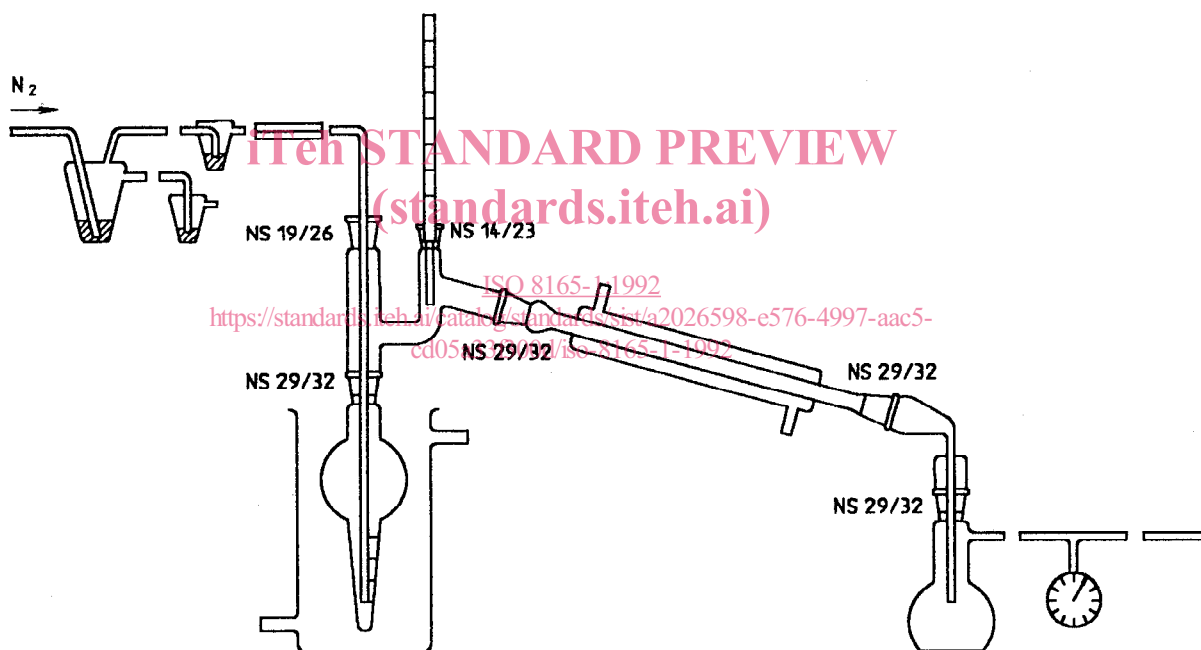


Figure 1 — Appareil pour la concentration des phénols à partir des extraits d'éther dans des conditions de distillation isothermique

6.5 Colonne en verre, de 20 cm de long, 12 mm de diamètre interne, à base conique de 5 cm, remplie de silicagel (5.8), préalablement lavée au diéthyléther (voir 5.7).

6.6 Agitateur à mouvement de va-et-vient.

6.7 Ampoules à décanter, avec bouchons en polytétrafluoroéthylène (PTFE) de 100 ml, 250 ml et 1 000 ml.

6.8 Fioles de dosage, de 5 ml, 10 ml et 1 000 ml de capacité.

6.9 Bécher, de 100 ml, 250 ml et 1 000 ml de capacité.

6.10 Colonne de Vigreux, de 50 cm.

6.11 Ballon conique à fond plat, de 10 ml de capacité, étalonné.

6.12 Flacons à échantillons avec diaphragme revêtu de PTFE, de 2 ml et 5 ml de capacité, ou tout autre dispositif permettant de conserver l'extrait.

6.13 Éprouvette graduée, de 250 ml.

6.14 Évaporateur, par exemple évaporateur Kuderna Danish.

6.15 Chromatographe à phase gazeuse, en verre, avec détecteur ionique de flamme ou détecteur de capture d'électrons (pour les polychlorophénols) et arrivée de gaz conforme aux instructions du fabricant.

6.16 Seringues pour injection, de 1 µl, 5 µl, 10 µl, 50 µl et 100 µl de capacité.

6.17 Colonnes capillaires pour chromatographie en phase gazeuse, (voir tableau 2).

7 Échantillonnage et préparation des échantillons

Prélever les échantillons dans des flacons en verre brun à épaulement conique, de 100 ml à 1 000 ml; ajouter préalablement 2 ml d'acide sulfurique (5.1) par échantillon d'eau de 1 000 ml. Remplir complètement les flacons avec l'échantillon d'eau.

Conserver les flacons à environ 4 °C avant de les analyser. Le pH devrait être inférieur à 2, sinon ajouter de l'acide.

Si l'on soupçonne la présence d'agents oxydants, surtout en présence de chlore libre, ajouter environ 0,1 g de sulfide de sodium (5.4) par litre d'échantillon.

Effectuer l'extraction et la concentration dans les 48 h si possible.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2026598-e576-4997-aac5-cd05a33f300d/iso-8165-1-1992>

Tableau 2 — Exemples de conditions de séparation possibles

Paire de colonnes capillaires	Désignation des colonnes capillaires ¹⁾	Taille des colonnes capillaires		Gaz vecteur	Débit ml/mm	Programme de température
		Longueur m	Diamètre interne mm			
1	a	30 à 60	0,25 à 0,32	H ₂ ou He	< 5	En général: 1 min à 60 °C 15 °C/min à 150 °C 5 °C/min à 240 °C ²⁾
	b	30 à 60	0,25 à 0,32	H ₂ ou He	< 5	
2	c	30 à 60	0,25 à 0,32	H ₂ ou He	< 5	
	d	30 à 60	0,25 à 0,32	H ₂ ou He	< 5	
3	e	30 à 60	0,25 à 0,32	H ₂ ou He	< 5	
	f	30 à 60	0,25 à 0,32	H ₂ ou He	< 5	

1) Pour les dénominations commerciales des colonnes, voir tableau 3.
2) Le programme de température doit être adapté sur le programme de séparation correspondant.

Tableau 3 — Explication des colonnes données au tableau 2

Lettre selon le tableau 2	Dénomination commerciale ¹⁾	Phase stationnaire
a, c, e	DB 5	95 % -Diméthyl/5 % diphénylpolsiloxane
b	DB 1701	86 % -Diméthyl/14 % -cyanopropylphényl-polsiloxane
d	DB 225	50 % -Cyanopropylméthyl/50 % méthylphényl-polsiloxane
f	FFAP	«Phase acide sans gras» acide dinitrotéréphtalique

1) Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 8165 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

8 Mode opératoire

8.1 Extraction et concentration

8.1.1 Procédure générale

Mettre 800 ml d'échantillon d'eau acidifiée dans une ampoule à décanter.

Ajouter 1 ml de solution étalon interne (5.12) et homogénéiser en mélangeant pendant au moins 1 h.

Ajouter 180 ml d'éther éthylique (5.7).

Après mélange et compensation de pression, agiter mécaniquement pendant 5 min pour extraire l'échantillon d'eau (fréquence d'agitation environ 100 min^{-1}).

Laisser reposer 30 min pour la séparation des phases. Rejeter la phase aqueuse.

Transférer la phase étherée dans une ampoule à décanter de 250 ml. (Si nécessaire, filtrer la phase étherée à travers un tampon de laine de verre de silice, préalablement lavé au diéthyléther.)

Agiter deux fois l'extrait avec 35 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.3) chaque fois.

Laisser reposer 30 min pour la séparation des phases, transférer la phase aqueuse alcaline dans l'ampoule à décanter de 100 ml (6.7).

Ajouter 2 ml d'acide sulfurique (5.1) et refroidir l'ampoule à l'eau jusqu'à la température ambiante. Agiter la solution avec 15 ml d'éther éthylique (5.7) pendant 5 min. Attendre 15 min.

Recueillir la phase étherée dans un ballon bouché, rejeter la phase aqueuse.

8.1.2 Extraction d'eau contaminée

Pour purifier, faire passer la phase éthylique à travers une colonne (6.5) garnie de gel de silice (5.8) à un débit d'environ 2 ml/min.

Collecter la phase étherée dans le ballon de concentration de l'appareil de distillation (6.4).

Rincer les récipients et la colonne en verre avec 10 ml d'éther éthylique (5.7). Combiner le produit de lavage avec les extraits.

8.1.3 Concentration

Ajouter 100 µl de diéthylamine (5.9) et concentrer les solutions d'éther (voir 8.1.1 et 8.1.2) par distillation isothermique effectuée à la température ambiante (bain-marie, 20 °C à 22 °C) à 0,4 bar.

Faire passer l'azote à travers la solution. Cela permettra d'éviter un retard à l'ébullition et de préserver les composés phénoliques.

Régler le débit d'azote au moyen d'un collier de serrage pour tubes de façon à ce qu'on puisse distinguer chaque bulle.

Concentrer l'extrait à un volume résiduel de 100 µl à 200 µl.

Compenser la pression. Rincer le tube d'arrivée du gaz avec 100 µl à 200 µl de dioxane (5.6), en rinçant simultanément les parois du récipient de concentration en faisant soigneusement tourner celui-ci.

Fermer le ballon jusqu'à ce que le concentré se soit formé (cela prendra environ 20 min).

Recueillir la solution résiduelle avec une seringue, déterminer son volume et la transférer dans un petit flacon d'échantillonnage.

Effectuer l'analyse par chromatographie en phase gazeuse dès que possible, sinon congeler l'extrait à 20°C. La durée maximale admissible de conservation est d'une semaine.