

---

---

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

**Partie 2:**  
Méthode par dérivatisation et chromatographie  
en phase gazeuse

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Water quality — Determination of selected monovalent phenols —*

*Part 2: Method by derivatization and gas chromatography*

ISO 8165-2:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a3192f3-6aba-4bce-99bf-e9a991213387/iso-8165-2-1999>



Sommaire	Page
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives .....	2
3 Principe.....	2
4 Interférences .....	2
5 Réactifs .....	2
6 Appareillage .....	3
7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon.....	4
8 Mode opératoire.....	4
9 Chromatographie en phase gazeuse.....	5
10 Étalonnage.....	5
11 Calcul des résultats.....	7
12 Expression des résultats .....	7
13 Rapport d'essai .....	7
Annexe A (informative) Paires de colonnes capillaires.....	8
Bibliographie.....	9

**ITeCh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 8165-2:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a3192f3-6aba-4bce-99bf-e9a991213387/iso-8165-2-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a3192f3-6aba-4bce-99bf-e9a991213387/iso-8165-2-1999>

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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 8165-2 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 par dérivatisation et chromatographie en phase gazeuse*

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 8165 est donnée uniquement à titre d'information.

ISO 8165-2:1999  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a319213-6aba-4bce-9961-e9a991213387/iso-8165-2-1999>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 8165-2:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a3192f3-6aba-4bce-99bfe9a991213387/iso-8165-2-1999>

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

## Partie 2:

## Méthode par dérivatisation et chromatographie en phase gazeuse

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 8165 spécifie une méthode de détermination des phénols par chromatographie en phase gazeuse et dérivatisation à l'aide de chlorure de pentafluorobenzoyle (PFBC). Cette méthode peut être appliquée tout particulièrement à l'étude de l'eau potable, des eaux souterraines et des eaux de surface peu contaminées. Elle permet d'atteindre des seuils de détection inférieurs à ceux des méthodes par extraction.

Certains composés réactifs tels que les amines et, dans certains cas les alcools, pouvant également entraîner des réactions, cette méthode n'est pas toujours applicable à l'étude des eaux résiduaires. Il convient que son applicabilité aux eaux résiduaires soit étudiée au cas par cas.

La présente méthode permet le dosage des phénols énumérés dans le Tableau 1 pour un domaine de concentration  $\geq 0,1 \mu\text{g/l}$ . Cette méthode peut également être appliquée à l'analyse d'autres phénols monovalents, à condition de vérifier son applicabilité au cas par cas.

**Tableau 1 — Phénols auxquels la présente méthode est applicable**

Phénol	Cyclopentyl-2-chloro-4-phénol
Méthyl-2-phénol	Chloro-4-benzyl-2-phénol
Méthyl-3-phénol	Chloro-6-méthyl-5-(méthyléthyl-1)-2-phénol
Méthyl-4-phénol	Dichloro-2,3-phénol
Diméthyl-2,4-phénol	Dichloro-2,4-phénol
Éthyl-4-phénol	Dichloro-2,5-phénol
bis-2,6(Diméthyléthyl-1,1) méthyl-4-phénol	Dichloro-2,6-phénol
Phényl-2-phénol	Trichloro-2,4,6-phénol
Benzyl-2-phénol	Trichloro-2,3,5-phénol
Benzyl-2-méthyl-4-phénol	Trichloro-2,4,5-phénol
Chloro-2-phénol	Trichloro-2,3,6-phénol
Chloro-3-phénol	Tétrachloro-2,3,4,5-phénol
Chloro-4-phénol	Tétrachloro-2,3,4,6-phénol
Chloro-4-méthyl-2-phénol	Tétrachloro-2,3,5,6-phénol
Chloro-4-méthyl-3-phénol	Pentachlorophénol
Chloro-6-méthyl-3-phénol	
Dichloro-2,4-diméthyl-3,5-phénol	
Chloro-2- <i>tert</i> -butyl-4-phénol	

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 8165. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 8165 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 5667-1:1980, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage.*

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

ISO 5667-3:1994, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons.*

ISO 8466-1:1990, *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

Les phénols contenus dans un échantillon d'eau non filtré sont dérivatisés par extraction à l'hexane et au chlorure de pentafluorobenzoyle. Vérifier que la dérivatisation par extraction est bien terminée en ajoutant la solution de contrôle (5.14). Le mesurage par chromatographie en phase gazeuse se fait à l'aide de deux colonnes capillaires de polarité différente (fragmentation simultanée) et détection par détecteur à capture d'électrons (ECD).

[ISO 8165-2:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a3192f3-6aba-4bce-99bf-e9a991213387/iso-8165-2-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a3192f3-6aba-4bce-99bf-e9a991213387/iso-8165-2-1999>

## 4 Interférences

Les agents de surface, les émulsifiants ou les solvants polaires en concentrations plus élevées peuvent affecter l'étape de dérivatisation par extraction.

Les particules en suspension dans l'eau peuvent également créer des interférences et faire baisser le taux de récupération. La présence d'une deuxième phase liquide dans l'échantillon d'eau (par exemple composés d'huile minérale, hydrocarbures halogénés très volatils, graisses et cires émulsionnées) gêne l'échantillonnage ainsi que la préparation et l'enrichissement de l'échantillon. Dans ces cas, l'étude portera sur la seule phase aqueuse, et dans le rapport, le volume de la phase non aqueuse sera consigné à part.

Pour tout problème posé par le système de chromatographie en phase gazeuse, se reporter au manuel de l'utilisateur fourni par le fabricant.

Il est essentiel que l'essai décrit dans la présente partie de l'ISO 8165 soit effectué par un personnel convenablement qualifié.

## 5 Réactifs

### 5.1 Prescriptions générales

Comparée aux niveaux de concentration attendus, la teneur de l'eau en phénols monovalents et en réactifs utilisés doit être tout à fait négligeable. L'eau doit se prêter à l'analyse des résidus, son blanc étant déterminé conformément à 8.1 et 8.2. Si nécessaire, l'eau doit être purifiée par distillation, à une valeur de pH supérieure à 12.

### 5.2 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ .

**5.3 Sulfite de sodium**,  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ .

**5.4 Solution d'hydrogénocarbonate de sodium**,  $c(\text{NaHCO}_3) = 1 \text{ mol/l}$ .

**5.5 Acide sulfurique**

Ajouter avec précaution 1 volume d'acide sulfurique,  $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$ , à trois volumes d'eau.

**5.6 Hexane**,  $\text{C}_6\text{H}_{14}$ , de pureté maximale.

**5.7 Décane**,  $\text{C}_{10}\text{H}_{22}$ .

**5.8 Chlorure de pentafluorobenzoyl (PFBC)**,  $\text{C}_7\text{OCIF}_5$  (vérifier son applicabilité, car des variations peuvent survenir d'un lot à l'autre).

La pureté du PFBC est vérifiée en effectuant un chromatogramme à blanc après une préparation de l'échantillon à blanc reprenant toutes les étapes de la procédure. Si les pics interférents rendent les calculs impossibles, rejeter le lot contenant du chlorure de pentafluorobenzoyl.

**5.9 Sulfate de sodium**, anhydre,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ .

**5.10 Méthanol**,  $\text{CH}_3\text{OH}$ , ou **acetone**,  $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ , de pureté maximale.

**5.11 Solutions mères de phénols**

À titre d'exemple, peser, à 0,1 mg près, 30 mg au moins de chacun des composés phénoliques dans une fiole jaugée de 100 ml, et les dissoudre dans du méthanol ou dans l'acétone (5.10). Pour des dosages simultanés, il est possible de dissoudre différents types de phénols dans un volume approprié de méthanol. Garder les solutions dans des flacons de verre brun dans un endroit frais (environ 4 °C) à l'abri de la lumière.

La solution reste stable pendant quatre semaines environ.

**5.12 Solutions étalons de phénols**

Introduire, à l'aide d'une pipette, 1 ml de la solution mère (5.11) dans une fiole jaugée de 100 ml, et compléter au volume avec du méthanol. La solution contient 3,0 mg/l de phénol. Préparer d'autres solutions étalons dans le domaine de travail choisi.

**5.13 Solutions mères pour la solution de contrôle interne**

À titre d'exemple, dissoudre 0,1 g de dibromo-2,4-phénol ou de dibromo-2,5-phénol dans 100 ml de méthanol (5.10).

**5.14 Solutions étalons pour la solution de contrôle interne**

À titre d'exemple, diluer 1 ml de la solution mère (5.13) dans du méthanol (5.10) pour un volume total de 100 ml.

## 6 Appareillage

**6.1 Flacons à épaulement conique, à fond plat**, en verre brun, de 250 ml et de 1 000 ml.

Il convient de nettoyer à fond ces flacons.

**6.2 Ampoules à décanter**, de 100 ml et 250 ml, munies d'un robinet en polytétrafluoroéthylène.

**6.3 Fioles jaugées**, de 5 ml, 10 ml et 100 ml.

**6.4 Ballons à fond rond**, d'une capacité nominale de 50 ml, à extrémité conique.

**6.5 Éprouvette graduée**, de 250 ml.

**6.6 Seringues d'injection**, de 100 µl, 250 µl et 500 µl.

**6.7 Chromatographe en phase gazeuse**, muni d'un insert en verre et d'un détecteur à capture d'électrons (ECD), l'alimentation en gaz devant être conforme aux instructions du fabricant.

## 7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-2 et l'ISO 5667-3.

Introduire dans des flacons en verre brun de 250 ml à 1 000 ml (6.1), 2 ml d'acide sulfurique (5.5) par 1 000 ml d'échantillon, et remplir les flacons à ras bord avec l'échantillon d'eau.

Le pH doit être < 2 (à mesurer); rajouter de l'acide si nécessaire.

Avant de les analyser, conserver les flacons au réfrigérateur à une température de 4 °C environ.

Si l'on suspecte la présence d'agents oxydants, et particulièrement en présence de chlore libre, ajouter environ 1 g de sulfite de sodium (5.3) par litre d'échantillon.

Effectuer l'enrichissement dans les 48 h de préférence (voir 8.2), mais sans dépasser une semaine.

## 8 Mode opératoire

iTeh STANDARD PREVIEW

### 8.1 Purification de l'échantillon

(standards.iteh.ai)

Introduire 80 ml de l'échantillon d'eau dans une ampoule à décanter de 250 ml (6.2).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a3192f3-6aba-4bce-99bf>

Ajouter une solution d'hydroxyde de sodium (5.2) jusqu'à obtention d'un pH de 11 (20 ml environ sont nécessaires).

Ajouter 10 µl de la solution de contrôle (5.13) et 20 ml d'hexane (5.6).

Agiter énergiquement pendant 2 min et, une fois les phases séparées, verser la solution aqueuse dans une ampoule à décanter de 100 ml. Rejeter la phase organique.

### 8.2 Dérivatisation par extraction

La dérivatisation par extraction doit être effectuée immédiatement après la purification et selon les étapes suivantes.

Parallèlement à chaque série d'analyse d'échantillons, effectuer, en procédant exactement de la même façon (sur toute la procédure), l'analyse d'un blanc et un étalonnage.

La reproductibilité et la répétabilité doivent être régulièrement vérifiées.

Ajouter à la phase d'hexane, dans l'ampoule à décanter, 20 ml de solution d'hydrogencarbonate de sodium (5.4), 20 ml d'hexane (5.6) et 20 µl de chlorure de pentafluorobenzoyl (5.8).

Immédiatement après, agiter énergiquement pendant exactement (5 ± 0,1) min.

Laisser les différentes phases se séparer pendant 10 min et centrifuger si nécessaire.

Rejeter la solution aqueuse.

Ajouter 50 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.2) à la phase organique et agiter pendant 1 min.



Laisser les différentes phases se séparer et filtrer la phase organique sur du sulfate de sodium anhydre (5.9) dans un tube à essai et analyser l'extrait par chromatographie en phase gazeuse.

NOTE L'extrait peut être concentré, si nécessaire, comme suit:

Transvaser l'extrait dans un ballon à fond rond (6.4), ajouter 0,5 ml de décane (5.7) comme conservateur (pour éviter les pertes des composants phénols ayant un point d'ébullition peu élevé) et évaporer à 40 °C jusqu'à obtention d'un volume final de 1 ml.

## 9 Chromatographie en phase gazeuse

### 9.1 Exigences générales

L'aptitude à l'emploi des colonnes capillaires utilisées doit être vérifiée par analyse des phénols dérivés. Sont acceptables des capillaires de séparation non polaires et moyennement polaires, à condition d'obtenir sur la ligne de base des pics séparés et ne présentant aucune traînée. On utilise en général un détecteur à capture d'électrons (ECD). Afin d'assurer des résultats qualitatifs et quantitatifs, les composés doivent être analysés sur deux colonnes capillaires de polarité sensiblement différente. Pour permettre une injection simultanée des échantillons, il est recommandé de raccorder les deux colonnes à un seul injecteur. Cependant, cette technique n'exclut pas tout à fait les erreurs d'interprétation dues à des superpositions de pics. Si tel était le cas, on obtient deux résultats quantitatifs, la valeur la plus basse étant probablement la plus précise.

Un chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse peut être utilisé pour confirmer l'identité des dérivés du phénol.

NOTE L'annexe A présente des paires de colonnes capillaires pouvant être utilisées.

### 9.2 Mesurage du blanc

Avant l'analyse et, si nécessaire, pendant l'analyse, effectuer des dosages à blanc avec de l'eau (5.1). Réaliser les blancs en suivant toutes les étapes de la procédure analytique, depuis l'échantillonnage jusqu'à l'évaluation du chromatogramme. Le blanc doit être négligeable. Si ce n'est pas le cas, vérifier la procédure étape par étape, pour en déterminer la cause. Diminuer ensuite la valeur à blanc par une procédure adéquate. Si l'écart-type des blancs est supérieur à l'écart-type de toute la procédure, il est recommandé de ne pas soustraire le blanc. Dans ce cas, le blanc doit être diminué.

### 9.3 Identification de chacun des composés

Chacun des composés présents dans l'échantillon est identifié en comparant les temps de rétention des pics apparaissant sur les chromatogrammes avec les pics correspondant à des substances mesurées dans des conditions identiques, apparaissant sur le chromatogramme d'une solution de référence.

NOTE Si un spectromètre de masse est utilisé comme détecteur, les composés peuvent être identifiés individuellement par interprétation ou comparaison de leurs spectres de masse.

## 10 Étalonnage

L'étalonnage de toute la procédure doit être effectué à l'aide d'un étalon externe (étapes d'extraction et de dérivation comprises, conformément à 8.2).

Le domaine de travail est fonction de la plage de concentration prévue (voir articles 8 et 9). Il est choisi de façon à obtenir une fonction d'étalonnage linéaire.

La fonction d'étalonnage établie pour une substance donnée n'est valable que pour la plage d'étalonnage définie. De plus, elle dépend des conditions de fonctionnement du système de chromatographie en phase gazeuse ainsi que de la qualité de l'agent de dérivation. En conséquence, l'étalonnage doit être vérifié régulièrement.

La signification des indices utilisés pour les fonctions d'étalonnage et de calcul figure dans le Tableau 2.