

---

---

**Qualité de l'eau — Détermination du  
benzène et de certains dérivés  
benzéniques —**

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

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Water quality — Determination of benzene and some derivatives —*

*Part 2: Method using extraction and gas chromatography*

*ISO 11423-2:1997*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6e630d2-26c9-48e4-bbb7-4f8185bbd73a/iso-11423-2-1997>



## 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 11423-2 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 11423 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Détermination du benzène et de certains dérivés benzéniques*:

- *Partie 1: Méthode par chromatographie en phase gazeuse de l'espace de tête*
- *Partie 2: Méthode par extraction et chromatographie en phase gazeuse*

Les annexes A, B et C de la présente partie de l'ISO 11423 sont données uniquement à titre d'information.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**  
  
ISO 11423-2:1997  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6e630d2-26c9-48e4-bbb7-4f8185bbd73a/iso-11423-2-1997>

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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  
Internet central@iso.ch  
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

## Introduction

La présente partie de l'ISO 11423 décrit une méthode d'extraction de traitement d'échantillon suivie d'une chromatographie en phase gazeuse pour la détermination du benzène et de ses dérivés dans l'eau.

Pour une procédure d'espace de tête, se référer à l'ISO 11423-1.

Le choix de la méthode applicable concrètement dépend par exemple du type d'échantillon à analyser et des instruments à la disposition de l'analyste. La méthode utilisée est alors décrite dans le rapport d'essai.

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

[ISO 11423-2:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6e630d2-26c9-48e4-bbb7-4f8185bbd73a/iso-11423-2-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6e630d2-26c9-48e4-bbb7-4f8185bbd73a/iso-11423-2-1997>

Page blanche

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

ISO 11423-2:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6e630d2-26c9-48e4-bbb7-4f8185bbd73a/iso-11423-2-1997>

# Qualité de l'eau — Détermination du benzène et de certains dérivés benzéniques —

## Partie 2:

## Méthode par extraction et chromatographie en phase gazeuse

### 1 Domaine d'application

La méthode décrite est applicable à la détermination du benzène, du méthylbenzène (toluène), des diméthylbenzènes (xylènes) et de l'éthylbenzène (dans la suite l'abréviation BTX est utilisée) dans des échantillons homogènes d'eau et d'eau résiduaire à des concentrations supérieures à 5 µg/l. Des concentrations élevées peuvent être déterminées en diluant l'échantillon.

D'autres dérivés et composés apolaires présentant des points d'ébullition similaires peuvent également être déterminés par cette méthode. Il convient alors de vérifier l'applicabilité de la méthode à l'échantillon d'eau donné.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6e630d2-26c9-48e4-bbb7-4f8185bbd73a/iso-11423-2-1997>

### 2 Principe

L'échantillon non filtré est extrait par un solvant apolaire (par exemple du pentane) et l'extrait est analysé par chromatographie en phase gazeuse. Le benzène et ses dérivés sont séparés par injection sur deux colonnes capillaires avec des phases stationnaires de polarité différente (par exemple par division simultanée) et déterminés à l'aide d'un détecteur approprié (pour l'identification des composés, voir 7.4).

### 3 Interférences

Des pertes de BTX peuvent se produire pendant l'échantillonnage, le transport, le stockage et la préparation d'échantillons en raison de l'évaporation et de l'entraînement gazeux. D'autres composés volatils de l'air ambiant peuvent contaminer les échantillons d'eau et l'eau utilisée pour les essais à blanc, ce qui entraîne respectivement des limites de détection élevées et des valeurs de blanc élevées.

Pour éviter les erreurs dues à la sorption ou à la désorption de constituants, il convient que les échantillons ne soient pas en contact avec des matières plastiques.

Les agents de surface, les émulsifiants et des teneurs élevées en solvants polaires, comme l'acétone ou le méthanol affaibliront la procédure d'extraction. Les matières en suspension affectent l'extraction et la récupération.

La présence d'une seconde phase liquide (par exemple huile minérale, hydrocarbures halogénés organiques volatils, graisse émulsifiée et cires) affectera l'échantillonnage, la préparation des échantillons et l'extraction. Seule la teneur de la phase aqueuse sera déterminée; il est possible, cependant, de déterminer la teneur de la seconde phase liquide séparément. Si c'est le cas, cela sera stipulé dans le rapport d'essai.

Les problèmes spécifiques au système de chromatographie en phase gazeuse doivent être traités selon les instructions du fabricant.

La superposition d'autres hydrocarbures, par exemple les constituants d'huile minérale, peut entraver la détermination, et éventuellement conduire à une surcharge de colonne.

Si les résultats obtenus à partir des deux colonnes sont très différents, recommencer l'analyse avec une autre phase de séparation ou avec un détecteur spécifique.

## 4 Appareillage

Tous les flacons et fioles préalablement nettoyés seront conservés à l'envers pendant 1 h à 150 °C dans une étuve ventilée avant utilisation. Ils seront ensuite protégés de toute contamination, par exemple en les recouvrant d'une feuille d'aluminium pendant le refroidissement et en les fermant dès qu'ils sont refroidis.

**4.1 Flacons coniques**, de par exemple 2 litres de capacité nominale, en verre brun avec bouchon étanche ou bouchon revêtu de PTFE ou d'une feuille d'aluminium.

**4.2 Agitateur magnétique**, avec barreaux recouverts de PTFE.

**4.3 Pipettes**, de par exemple 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, 25 ml ou 50 ml de capacité, en verre.

**4.4 Accessoires de flacon laveur de gaz**, avec cône en verre dépoli et disque fritté.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6e630d2-26c9-48e4-bbb7-4f8185bbd73a/iso-11423-2-1997>

**4.5 Pipette à un trait**.

**4.6 Flacons gradués**, de 100 ml, 250 ml et 1 000 ml de capacité.

**4.7 Chromatographe en phase gazeuse**, avec injecteur en verre et détecteur à ionisation de flamme, fourni avec les gaz selon les spécifications du fabricant.

**4.8 Colonnes capillaires**, pour la chromatographie en phase gazeuse (voir l'annexe B).

NOTE — Si des alcanes avec des temps de rétention identiques aux BTX sont attendus, les indices de Kovacs sont utiles pour le choix des colonnes utilisées.

**4.9 Seringues d'injection**, de 10 µl, 50 µl et 100 µl de capacité.

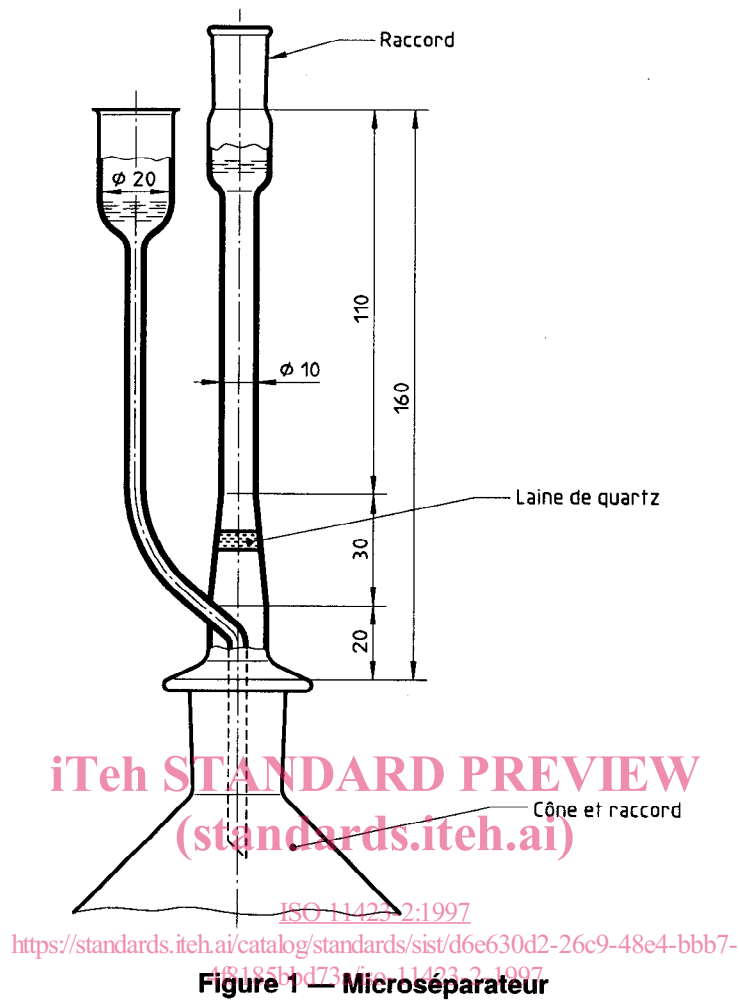
**4.10 Microséparateur** (voir la figure 1).

**4.11 Laine de quartz**, nettoyée au pentane et séchée.

## 5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau conforme à 5.1.

Dimensions en millimètres



### 5.1 Eau pour dilutions et blanc de réactif.

La teneur en BTX de l'eau doit être aussi faible que possible. En cas de contamination, l'eau peut être traitée de la façon suivante:

Verser l'eau dans les flacons coniques (4.1), placer un filtre de verre près du fond du flacon, chauffer l'eau à environ 60 °C. Faire passer un courant d'azote (environ 180 ml/min) dans l'eau pendant 1 h, puis laisser l'eau se refroidir à température ambiante tout en continuant à y faire passer de l'azote. Fermer hermétiquement le flacon et le stocker à l'obscurité.

Si nécessaire, faire passer de l'azote dans l'eau juste avant utilisation.

Contrôler la qualité de l'eau avant et après traitement. Si une contamination est encore détectée, utiliser un autre gaz pour la purification, ou purifier le gaz utilisé.

### 5.2 Gaz, utilisés pour le fonctionnement du système de chromatographie en phase gazeuse (azote, hélium, hydrogène, air synthétique) suivant les instructions du fabricant.

### 5.3 Pentane, C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>, exempt de BTX et contrôlé par chromatographie en phase gazeuse.

Distiller le pentane contaminé sur une colonne à haute performance, en vérifiant la pureté des fractions de distillat; il peut être nécessaire de répéter la distillation.

#### 5.4 Substances étalons, de haute pureté.

Benzène	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>
Méthylbenzène (toluène)	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>
Diméthyl-1,2 benzène ( <i>o</i> -xylène)	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>
Diméthyl-1,3 benzène ( <i>m</i> -xylène)	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>
Diméthyl-1,4 benzène ( <i>p</i> -xylène)	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>
Éthylbenzène	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>

#### 5.5 Acétone, CH<sub>3</sub>COCH<sub>3</sub>, comme agent de solubilisation.

Le blanc de réactif doit être déterminé selon 7.3.

#### 5.6 Étalon interne, par exemple deutérométhylbenzène (toluène-*d*<sub>8</sub>).

## 6 Échantillonnage et préparation des échantillons

Recueillir les échantillons dans des flacons coniques en verre brun (4.1). Utiliser des jeux de récipients séparés pour des échantillons d'eau ayant des niveaux différents de teneur en BTX.

Veiller à ce que la température des échantillons n'augmente pas durant le transport.

Si possible démarrer l'extraction dans les 2 jours suivant le prélèvement de l'échantillon. Si l'échantillon doit être stocké plus de 2 jours, le conserver dans les flacons coniques et le stocker à 4 °C à l'obscurité.

Il est préférable d'effectuer la procédure d'extraction dès que possible, car les extraits sont plus stables que les échantillons.

Les échantillonneurs automatiques conviennent uniquement s'ils sont composés de verre ou de métal, en évitant autant que possible les matières plastiques, et s'ils ne sont pas utilisés à pression réduite. Refroidir le récipient d'échantillonnage à environ 4 °C et utiliser un tube de verre immergé dans le récipient d'échantillonnage pour transporter les sous-échantillons de façon à éviter des pertes.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Extraction

Les rapports d'extraction dépendent de la concentration en masse de BTX attendue; le tableau 1 donne des rapports recommandés.

Tableau 1 — Rapports recommandés

Rapport volumique, phase organique: échantillon	Gamme des concentrations attendues
1:100	1 µg/l à 10 µg/l
10:100	10 µg/l à 100 µg/l
50:50	100 µg/l à 1 000 µg/l
100:10	1 mg/l à 10 mg/l



Des concentrations plus élevées en BTX peuvent être déterminées en diluant l'extrait.

Refroidir l'échantillon à 4 °C environ, le transférer dans un flacon gradué à col gradué, ajouter l'étalon interne (5.6) si nécessaire, et recouvrir du volume de pentane approprié (5.3).

Il est également possible de peser le flacon d'échantillonnage avant et après échantillonnage pour déterminer le volume, et ajouter le pentane directement dans le flacon d'échantillonnage.

Extraire en agitant avec un agitateur magnétique ou un agitateur mécanique ou en secouant manuellement pendant 5 min.

Pour éviter les pertes par évaporation, il est recommandé de refroidir le flacon avec de la glace pendant l'extraction.

Si moins de la moitié du volume d'origine du pentane est récupérée, recommencer l'extraction avec un rapport de phase différent (volume supérieur de pentane).

Pour de petits volumes de phase organique, utiliser le microséparateur (4.10) avec le tampon en laine de quartz pour améliorer la séparation. Ajouter de l'eau sur le côté du séparateur pour presser la phase organique dans le tube montant. La laine de quartz favorise la séparation des phases et retient également les matières en suspension.

Après achèvement de la séparation des phases et récupération d'un volume suffisant de pentane, analyser dès que possible une petite quantité d'extrait à l'aide du chromatographe en phase gazeuse.

Si une analyse immédiate n'est pas possible, transférer dans un flacon pour échantillon et stocker à l'obscurité, de préférence à 4 °C. Les extraits restent stables pendant environ 20 jours.

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

### 7.2 Chromatographie en phase gazeuse

Régler le chromatographe en phase gazeuse selon les instructions du fabricant.

ISO 11423-2:1997

Pour assurer l'identification des composés respectifs, utiliser au moins deux colonnes capillaires avec des phases stationnaires de polarité différente. Il est préférable d'avoir les deux colonnes capillaires montées sur un injecteur pour assurer une injection simultanée de l'échantillon.

Des colonnes en verre ou en silice, revêtues de silicone ou de méthylsilicone séparant les phases greffées (chimiquement liées) à teneur en phényle variable (voir l'annexe B), peuvent être utilisées.

Pour la détection, utiliser un détecteur à ionisation de flamme (FID) présentant des caractéristiques de fonctionnement linéaires sur la gamme de mesure. Il peut être nécessaire d'utiliser un détecteur plus sélectif [par exemple un spectromètre de masse (SM), un photodétecteur à ionisation (PID)] pour améliorer l'identification des composés.

L'utilisation de deux colonnes à phase stationnaire de polarité différente n'exclut pas complètement le chevauchement de pics. Si les résultats provenant des deux colonnes utilisées diffèrent, le chevauchement des pics peut en être la raison. Dans ce cas, la valeur la plus faible est habituellement plus précise que la valeur la plus élevée.

### 7.3 Mesurage du blanc

Le benzène est partout présent sous forme de traces. Pour cette raison, procéder à des mesurages du blanc avec de l'eau (5.1) avant et pendant une série d'analyses. Il convient que les mesurages du blanc comportent toutes les étapes de la procédure analytique depuis l'échantillonnage jusqu'à l'évaluation du chromatogramme en phase gazeuse. Si les valeurs de blanc sont inhabituellement élevées (supérieures à 10 % des plus faibles valeurs mesurées), chaque étape de la procédure doit être vérifiée pour trouver la raison de ces blancs élevés. Il convient de réduire autant que possible les valeurs des blancs par diverses procédures comme l'élimination de la contamination des échantillons par l'air ambiant et le contrôle des paramètres de chromatographie en phase gazeuse ou d'intégration.

Si les concentrations d'échantillon sont proches de la limite de détection, des valeurs de blanc supérieures à 10 % de la plus faible valeur mesurée doivent cependant être tolérées.

La valeur de blanc ne doit être déduite que si l'écart-type de la valeur de blanc ne dépasse pas de façon significative l'écart-type de la fonction d'étalonnage.

## 7.4 Identification des composés individuels

Identifier un composé individuel en comparant son temps de rétention dans l'échantillon et celui correspondant parmi les solutions d'étalonnage.

Afin d'assurer une identification correcte, il convient que les temps de rétention ne diffèrent pas d'une analyse à l'autre dans une série d'analyses de plus de  $\pm 0,02$  min, donnant des concentrations comparables, ou de  $\pm 0,02$  % des temps de rétention relatifs en dessous de 2 min lorsqu'un étalon interne est utilisé.

S'il n'y a pas de pic au temps de rétention caractéristique en utilisant une colonne seulement, et si le chromatogramme est normal à tous égards, la substance est probablement absente.

S'il y a un pic au temps de rétention caractéristique, la présence de la substance est possible et l'identité de la substance doit être confirmée par une analyse ultérieure.

S'il y a aussi un pic au temps de rétention caractéristique sur une colonne de polarité différente, la présence de la substance est très probable. Le niveau de confiance de la détermination est supérieur si les polarités des colonnes sont très différentes.

Pour des échantillons très pollués ou des échantillons de matrice complexe, l'utilisation d'une troisième colonne peut être nécessaire.

Pour plus de certitude, utiliser une autre méthode de détection, par exemple PID ou CPG-SM<sup>1</sup>).

Dans des eaux peu polluées ou des eaux dont la matrice est bien connue avant analyse, l'identification est très probable en utilisant une colonne seulement, et tout à fait certaine en utilisant deux colonnes.

L'évaluation de la certitude de l'identification incombe à l'analyste et doit être décrite en liaison avec les résultats.

## 8 Étalonnage et ajustement

### 8.1 Généralités

Il existe trois possibilités pour établir la fonction d'étalonnage:

- étalonnage de l'étape de chromatographie en phase gazeuse seulement, à l'aide d'un étalon externe (8.2);
- étalonnage de la méthode entière, y compris l'extraction, à l'aide d'un étalon externe (8.3);
- étalonnage de la méthode entière, y compris l'extraction, à l'aide d'un étalon interne (8.4).

---

1) Lors de l'enregistrement des signaux de spectromètre de masse avec des réglages de masses fixes, il convient de noter que l'identification de l'ion moléculaire ou de l'ion du fragment principal seul ne suffit pas pour l'identification. Il est nécessaire d'utiliser au moins une autre masse typique pour l'identification. Il est préférable d'utiliser le spectre complet.

La procédure a) (8.2) permet de vérifier l'extrait seulement; la procédure b) (8.3) permet de vérifier la procédure d'extraction, elle est utilisée pour l'étalonnage de routine avant et après la série d'analyses effectuées. Les deux procédures conjointement peuvent être utilisées afin de déterminer les taux de récupération.

La procédure c) (8.4) est la méthode d'étalonnage la plus précise et est fortement recommandée.

La fonction d'étalonnage obtenue pour une substance particulière n'est valable que pour la gamme de concentrations et le prétraitement d'échantillon concernés. Elle dépend également des conditions de fonctionnement du système de chromatographie, qui doit être vérifié régulièrement. Pour des analyses de routine, un ajustement de la fonction d'étalonnage par l'étalonnage en un seul point est suffisant.

Voir les tableaux 2 à 4 pour la préparation des séries de dilution.

Contrôler la linéarité de la courbe d'étalonnage.

## 8.2 Étalonage de l'étape de chromatographie en phase gazeuse à l'aide d'un étalon externe

Établir la fonction d'étalonnage en mesurant plusieurs solutions étalons (solution avec une substance dans le pentane, voir le tableau 2). Si les temps de rétention des substances à déterminer sont connus, plusieurs substances peuvent être déterminées dans un seul cycle de fonctionnement.

Diluer la solution mère avec du pentane pour obtenir la solution diluée, qui est ensuite diluée pour donner les solutions d'étalonnage. Les facteurs de dilution au-delà de 1:100 doivent être évités.

Injecter les solutions d'étalonnage et le pentane pur comme solution de zéro dans le chromatographe en phase gazeuse et évaluer la réponse. Tracer la courbe représentative des valeurs mesurées  $y_{ie}$  en fonction de la concentration en masse  $\rho_{ie}$ .

Le volume d'injection doit être le même pour l'étalonnage et l'analyse.

$$y_{ie} = (m_{ie} \cdot \rho_{ie}) + b_i$$

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d6e630d2-26c9-48e4-bbb7-4f8185bbd73a/iso-11423-2-1997>  
 ISO 11423-2:1997

où

- $y_{ie}$  est la valeur mesurée de la substance  $i$ , comme par exemple la hauteur des pics ou la surface des pics;
- $m_{ie}$  est la pente de la fonction d'étalonnage de la substance  $i$ ;
- $\rho_{ie}$  est la concentration en masse de la substance  $i$  dans la solution d'étalonnage, en microgrammes par litre;
- $b_i$  est l'ordonnée à l'origine de la fonction d'étalonnage, comme par exemple la hauteur des pics ou la surface des pics.

## 8.3 Étalonage de la méthode entière à l'aide d'un étalon externe

Pour étalonner la méthode entière, utiliser des solutions aqueuses des composés à déterminer. Utiliser l'acétone (5.5) comme agent de solubilisation permettant une répartition rapide et uniforme des composés dans l'eau. Choisir la concentration de l'agent de solubilisation de façon que le volume ajouté soit aussi faible que possible (1 ml par litre d'eau au maximum), pour éviter toute interférence avec l'équilibre de répartition.

### 8.3.1 Préparation des solutions mères, dopées et d'étalonnage

Préparer les solutions dopées et d'étalonnage à l'aide d'une solution mère préparée par dissolution de 5 ml du composé correspondant dans 100 ml d'acétone et calculer la concentration en masse exacte à l'aide des masses volumiques données dans le tableau 3 (solution mère S1). Voir par exemple le tableau 4. En alternative pour des gammes de concentrations plus faibles, dissoudre 500  $\mu$ l du composé dans 100 ml d'acétone (solution mère S2).