
**Qualité de l'eau — Dosage des nitrophenols
sélectionnés — Méthode par extraction en
phase solide avec détection par
chromatographie en phase gazeuse et
spectrométrie de masse**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Water quality — Determination of selected nitrophenols — Method by solid-
phase extraction and gas chromatography with mass spectrometric
detection*
(standards.iteh.ai)

ISO 17495:2001

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a51862a8-fab1-47c1-9b47-
dfed9397c626/iso-17495-2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a51862a8-fab1-47c1-9b47-dfed9397c626/iso-17495-2001)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17495:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a51862a8-fab1-47c1-9b47-dfed9397c626/iso-17495-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a51862a8-fab1-47c1-9b47-dfed9397c626/iso-17495-2001>

© ISO 2001

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'ISO à l'adresse ci-après ou du 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.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

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	5
7 Échantillonnage	6
8 Mode opératoire	7
9 Étalonnage	9
10 Calcul	13
11 Expression des résultats	14
12 Rapport d'essai	14
Annexe A (informative) Exemples de colonnes capillaires appropriées	16
Annexe B (informative) Exemples d'absorbants adaptés à l'extraction en phase solide de nitrophénols	17
Annexe C (informative) Données de fidélité	18
Annexe D (informative) Exemples de spectres typiques	19
Bibliographie	20

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale 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.

La Norme internationale ISO 17495 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

Les annexes A à D de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

[ISO 17495:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a51862a8-fab1-47c1-9b47-dfed9397c626/iso-17495-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a51862a8-fab1-47c1-9b47-dfed9397c626/iso-17495-2001>

Introduction

Plusieurs méthodes peuvent être appliquées pour le dosage des nitrophénols dans l'eau. La présente Norme internationale décrit une méthode de dosage par chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse après extraction en phase solide et dérivatisation avec le diazométhane. Il convient d'étudier si et dans quelle mesure des problèmes particuliers nécessiteront la spécification de conditions particulières supplémentaires.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 17495:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a51862a8-fab1-47c1-9b47-dfed9397c626/iso-17495-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a51862a8-fab1-47c1-9b47-dfed9397c626/iso-17495-2001>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17495:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a51862a8-fab1-47c1-9b47-dfed9397c626/iso-17495-2001>

Qualité de l'eau — Dosage des nitrophenols sélectionnés — Méthode par extraction en phase solide avec détection par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant la présente Norme internationale soient familières des pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale ne prétend pas aborder tous les éventuels problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur d'établir des pratiques de santé et de sécurité appropriées et de s'assurer de la conformité aux exigences réglementaires nationales.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour le dosage des nitrophenols sélectionnés (voir Tableau 1) dans les eaux potables, les eaux souterraines et les eaux de surface, à des concentrations en masse > 0,5 µg/l¹⁾.

Tableau 1 — Phénols pouvant être dosés selon la présente méthode

	CAS n°		CAS n°
2-Nitrophenol	88-75-5	2,4-Dinitrophenol	51-28-5
3-Nitrophenol	554-84-7	2,5-Dinitrophenol	329-71-5
4-Nitrophenol	100-02-7	2,6-Dinitrophenol	573-56-8
4-Méthyl-2-nitrophenol	119-33-5	2,4-Dinitro-6-méthylphenol	534-52-1
3-Méthyl-4-nitrophenol	2581-34-2	2,6-Diméthyl-4-nitrophenol	2423-71-4
5-Méthyl-2-nitrophenol	700-38-9	2,4-Dichloro-6-nitrophenol	609-89-2
3-Méthyl-2-nitrophenol	4920-77-8	2,6-Dichloro-4-nitrophenol	618-80-4

CAS = «Chemical Abstracts System» (Système d'abréviations chimiques).

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 Norme internationale. 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 Norme internationale 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 la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

1) Voir les résultats de l'essai interlaboratoire donnés dans l'annexe C.

ISO 17495:2001(F)

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

Extraction en phase solide des nitrophénols contenus dans l'échantillon acidifié, élution par un solvant, dérivatisation par le diazométhane et dosage par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse.

Il est absolument essentiel que les essais décrits dans la présente Norme internationale soient effectués par un personnel convenablement qualifié.

4 Interférences

4.1 Interférences au cours de l'enrichissement

Pour éviter les pertes, analyser l'échantillon aussitôt que possible après l'échantillonnage. Si le stockage est inévitable, conserver à 4 °C jusqu'au prétraitement de l'échantillon.

Les matériaux adsorbants disponibles dans le commerce sont souvent de qualité variable. Des écarts considérables dans la qualité et la sélectivité de ces matériaux sont possibles d'un lot à l'autre.

Le rendement peut varier avec la concentration, et doit donc être contrôlé régulièrement à des concentrations différentes. L'étalonnage et l'analyse doivent être effectués avec des matériaux provenant d'un seul et même lot.

La présence de matières en suspension dans l'échantillon d'eau (comme de l'hydroxyde de fer, du carbonate de calcium) lors de l'échantillonnage, du stockage et de la préparation de l'échantillon, de même qu'une augmentation de la concentration en micro-organismes, peut obstruer le remplissage. Dans ce cas, l'échantillon d'eau peut être filtré à travers un filtre en fibre de verre avant la phase d'enrichissement. L'étape de filtration doit être mentionnée dans le rapport d'essai.

Il est possible de réduire les risques de perte dus au réchauffement et à la réduction de volume de l'éluat en ajoutant un conservateur (par exemple l'isooctane).

4.2 Interférences au cours de la chromatographie en phase gazeuse

Les conditions opératoires doivent être déterminées en conformité avec les instructions du fabricant. Ces réglages doivent être contrôlés à intervalles réguliers.

Les interférences générales, causées par le système d'injection ou une séparation insuffisante, peuvent être éliminées sur la base de l'expérience spécifique du laboratoire et en se reportant aux manuels de l'instrument.

Une quantité excessive de diazométhane peut entraîner une défaillance ou des dommages de l'instrument, du fait de sa haute réactivité. C'est pourquoi il convient d'éliminer l'excédent de diazométhane dans la plus grande proportion possible en réduisant le volume de la solution.

Il convient d'éviter l'emploi d'alcool comme solvant, un alcool pouvant détruire la couche de désactivation (polysiloxane) du tube de verre, ce qui induirait une charge de la colonne et une surcharge du détecteur. Dans ce cas, la quantification de l'analyte et la reproductibilité du résultat ne sont plus possibles.

Il convient de contrôler la stabilité du système d'analyse (par exemple en appliquant un étalon de contrôle).

5 Réactifs

Des réactifs «pour analyse de résidus» doivent être utilisés. Les impuretés des réactifs et de l'eau participant à l'essai à blanc doivent être en quantité négligeable. Le blanc doit être contrôlé avant utilisation, notamment avant d'utiliser un nouveau lot.

5.1 Eau, distillée deux fois ou être de pureté comparable.

5.2 Gaz pour la chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse, conformément aux instructions du fabricant. Les gaz doivent être d'une haute pureté.

5.3 Azote, de haute pureté, au moins 99,996 % (fraction volumique), pour le séchage et, éventuellement, pour la concentration par évaporation.

5.4 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/l}$.

5.5 Éther diéthylique, $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$, stabilisé exclusivement avec de l'éthanol.

5.6 Hydroxyde de potassium, KOH, solution aqueuse, $\rho = 0,6$.

5.7 Éthanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$.

5.8 N-méthyl-N-nitroso-4-toluène sulfonamide, (Diazald) $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$.

5.9 Acide acétique CH_3COOH , solution aqueuse à 10% (fraction volumique) (utilisée pour détruire le diazométhane).

5.10 Solvants

5.10.1 Acétone, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$.

5.10.2 Méthanol, CH_3OH .

5.10.3 Acétate d'éthyle, $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$.

5.11 Phénols méthylés

Substances de référence, comme substances méthylées conformément au Tableau 1, de concentrations définies pour la préparation de solutions d'étalonnage pour la chromatographie en phase gazeuse (8.3).

5.11.1 Solutions étalons mères de substances méthylées individuelles.

Peser 50 mg de chacune des substances de référence dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre dans de l'acétate d'éthyle (5.10.3) ou de l'acétone (5.10.1), puis compléter au volume avec de l'acétate d'éthyle ou de l'acétone.

Conserver les solutions au réfrigérateur (à 4 °C environ). Leur durée de conservation est limitée (environ 3 mois) et leur concentration doit être contrôlée avant utilisation.

5.11.2 Solutions étalons intermédiaires de substances méthylées individuelles.

Dans des fioles jaugées de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 1 ml de la solution des substances individuelles (5.11.1), puis compléter au volume avec de l'acétate d'éthyle ou de l'acétone.

Conserver les solutions au réfrigérateur (à 4 °C environ). Leur durée de conservation est limitée (environ 3 mois) et leur concentration doit être contrôlée avant utilisation.

5.11.3 Solutions d'étalonnage pour l'étalonnage multipoint (phénols méthylés).

Préparer les solutions d'étalonnage par une dilution appropriée des solutions intermédiaires (5.11.2) avec de l'acétate d'éthyle (5.10.3).

Conserver les solutions au réfrigérateur (à 4 °C environ). Leur durée de conservation est limitée (environ 3 mois) et leur concentration doit être régulièrement contrôlée.

5.12 Substances de référence

Substances de référence (voir Tableau 1) de concentrations définies pour la préparation des solutions d'étalonnage, pour la détermination du rendement (9.5) et pour l'étalonnage de la procédure globale (9.3).

5.12.1 Solutions étalons mères de phénols non méthylés.

Peser 50 mg de chacune des substances de référence dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre dans de l'acétone (5.10.1) ou de l'acétate d'éthyle (5.10.3), puis compléter au volume avec de l'acétate d'éthyle (5.10.3).

Conserver les solutions au réfrigérateur (à 4 °C environ). Leur durée de conservation est limitée (environ 3 mois) et leur concentration doit être contrôlée avant utilisation.

5.12.2 Solutions étalons intermédiaires de phénols non méthylés.

Dans des fioles jaugées de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette 1 ml de la solution des substances individuelles (5.12.1), puis compléter au volume avec de l'acétate d'éthyle (5.10.3).

Conserver les solutions au réfrigérateur. Leur durée de conservation est limitée (environ 3 mois) et leur concentration doit être contrôlée avant utilisation.

5.12.3 Solutions d'étalonnage pour l'étalonnage multipoint (phénols non méthylés).

Préparer les solutions d'étalonnage par une dilution appropriée des solutions intermédiaires (5.12.2) avec du solvant.

Conserver les solutions au réfrigérateur. Leur durée de conservation est limitée (environ 3 mois) et leur concentration doit être régulièrement contrôlée.

5.13 Solution de diazométhane

AVERTISSEMENT — Le diazométhane est une substance explosive, extrêmement toxique et fortement irritante, qui peut entraîner la formation d'un œdème pulmonaire lorsqu'on l'inhale en fortes concentrations. Une exposition à long terme à de faibles niveaux peut entraîner une sensibilisation produisant des symptômes de type asthmatique. Il convient que le Diazald et le diazométhane soient considérés comme des substances toxiques, cancérigènes et mutagènes. À manipuler avec précaution.

Le diazométhane peut se préparer dans un appareil de distillation ou dans un équipement du commerce, de préférence sous une hotte. Un exemple d'une méthode de préparation est comme suit:

Dans un ballon à réaction de 250 ml, introduire 8 ml d'une solution de KOH (5.6) et 10 ml d'éthanol (5.7).

Dissoudre 5,0 g de Diazald (5.8) dans 45 ml d'éther diéthylique (5.5) dans une ampoule à décantation.

Chauffer avec précautions le ballon à réaction à 60 °C environ (au bain-marie), puis, dans un délai de 20 min, ajouter goutte à goutte la solution de l'ampoule à décantation.

Recueillir le diazométhane formé au cours de ce processus, ainsi que l'éther, dans le piège refroidi (refroidir avec un mélange de glace/NaCl).

À l'issue de cette réaction, ajouter encore 10 ml d'éther diéthylique à travers l'ampoule de décantation, puis distiller le diazométhane restant.

Boucher le piège et conserver à – 18 °C environ pendant 1 mois au maximum.

Il convient de nettoyer la verrerie utilisée pour la préparation du diazométhane, ou qui a été en contact avec le Diazald, avec une solution aqueuse à 10 % d'acide acétique (5.9). Il est recommandé de nettoyer l'appareillage après avoir rincé l'ampoule à décantation et le ballon à réaction par distillation d'environ 50 ml d'éthanol (5.7).

5.14 Étalons internes

Utiliser deux des phénols ci-après comme étalons internes:

2,4-Dibromophénol, $C_6H_4OBr_2$, CAS n° 615-58-7

2,6-Dibromophénol, $C_6H_4OBr_2$, CAS n° 608-33-3

2,3,6-Trichlorophénol, $C_6H_3OCl_3$, CAS n° 933-75-5

2,4,6-Tribromophénol, $C_6H_3OBr_3$, CAS n° 118-79-6

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Des substances deutériées ou marquées au ^{13}C peuvent également convenir.

NOTE Les étalons internes servent à contrôler la procédure analytique. Le choix des substances dépend des phénols suspectés à doser.

ISO 17495:2001
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a51862a8-fab1-47c1-9b47-dfed9397c626/iso-17495-2001>

Préparer une solution étalon mixte des deux composés dans une concentration qui conduit à des pics dans la partie supérieure de la gamme linéaire.

Généralement, une concentration de 10 µg/ml peut être utilisée. Contrôler la concentration avant utilisation.

6 Appareillage

Il convient que les équipements ou les parties d'appareillage qui peuvent être en contact avec l'échantillon d'eau ou son extrait soient exempts de tous résidus pouvant causer des blancs significatifs. Il est recommandé d'utiliser des récipients en verre ou en acier inoxydable.

6.1 Ballons à fond plat, de préférence en verre brun, de 1 000 ml et 2 000 ml de capacité, munis de bouchons en verre.

6.2 Cartouches, en polypropylène ou en verre, remplies d'adsorbant solide, par exemple polymère à base de styrène-divinylbenzène (voir annexe B).

6.3 Appareil sous vide ou sous pression pour l'étape d'enrichissement.

6.4 Fioles jaugées, ou fioles graduées munies d'un bouchon inerte, pour les éluats.

En cas d'utilisation d'échantillonneur automatique, les fioles doivent être en verre et le septum recouvert de polytétrafluoroéthylène (PTFE).