
**Qualité de l'eau — Dosage de 15
hydrocarbures aromatiques polycycliques
(HAP) dans l'eau par HPLC avec détection
par fluorescence après extraction
liquide-liquide**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Water quality — Determination of 15 polycyclic aromatic hydrocarbons
(PAH) in water by HPLC with fluorescence detection after liquid-liquid
extraction*
(standards.iteh.ai)

ISO 17993:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb7b7db3-b461-4be1-a77a-5109cc69bb0a/iso-17993-2002>



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 17993:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb7b7db3-b461-4be1-a77a-5109cc69bb0a/iso-17993-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb7b7db3-b461-4be1-a77a-5109cc69bb0a/iso-17993-2002>

© ISO 2002

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	3
4 Interférences	3
5 Réactifs	4
6 Appareillage	6
7 Échantillonnage	7
8 Mode opératoire	7
9 Calcul	12
10 Fidélité et exactitude	12
11 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Exemples de conditions chromatographiques et de colonnes	15
Annexe B (informative) Exemples pour la construction d'appareils spécifiques	19

iTeH STANDARD PREVIEW
 (standard.itteH.ai)
 ISO 17993:2002
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb7b7db3-b461-4be1-a77a-5109cc69bb0a/iso-17993-2002>

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.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'ISO 17993 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

ISO STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

ISO 17993:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb7b7db3-b461-4be1-a77a-5109cc69bb0a/iso-17993-2002>

Introduction

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) sont présents dans presque toutes les eaux, adsorbés sur des solides (sédiments, matières en suspension) ou bien dissous dans l'eau.

Certains HAP sont réputés cancérigènes ou suspectés de l'être. La Directive du Conseil 98/83/CE sur la qualité de l'eau destinée à la consommation humaine a fixé le niveau maximal admissible à 0,010 µg/l pour le benzo(a)-pyrène et à 0,100 µg/l pour la somme de quatre HAP spécifiés [benzo(b)fluoranthène, benzo(k)fluoranthène, benzo(ghi)pérylène, indéno(1,2,3-cd)pyrène].

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 17993:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb7b7db3-b461-4be1-a77a-5109cc69bb0a/iso-17993-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb7b7db3-b461-4be1-a77a-5109cc69bb0a/iso-17993-2002>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17993:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb7b7db3-b461-4be1-a77a-5109cc69bb0a/iso-17993-2002>

Qualité de l'eau — Dosage de 15 hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans l'eau par HPLC avec détection par fluorescence après extraction liquide-liquide

AVERTISSEMENT — Certains composés mesurés sont supposés être cancérogènes. L'acétonitrile et l'hexane sont toxiques.

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 problèmes éventuels 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, par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) avec détection par fluorescence après extraction liquide-liquide, de 15 HAP sélectionnés (voir Tableau 1) dans l'eau potable et dans les eaux souterraines à des concentrations en masse supérieures à 0,005 µg/l (pour chaque composé individuel), et dans les eaux de surface à des concentrations en masse supérieures à 0,01 µg/l.

Cette méthode est également appropriée, avec certaines modifications, pour l'analyse des eaux usées. Elle peut être appliquée à d'autres HAP, sous réserve de valider la méthode dans chaque cas.

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 l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

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

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*

Tableau 1 — Hydrocarbures aromatiques polycycliques pouvant être déterminés par la présente méthode

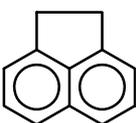
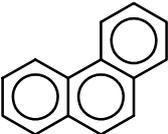
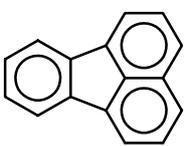
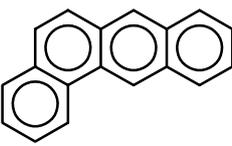
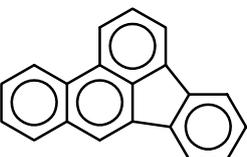
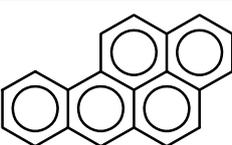
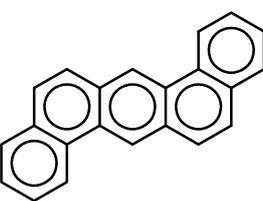
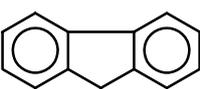
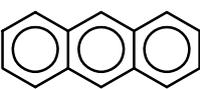
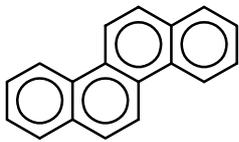
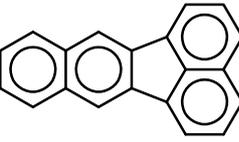
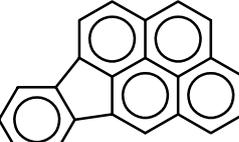
Nom	Formule chimique	Masse molaire	Pourcentage de carbone	Numéro CAS	Structure
Naphtalène	$C_{10}H_8$	128,17 g/mol	93,75 % C	091-20-3	
Acénaphtène	$C_{12}H_{10}$	154,21 g/mol	93,05 % C	083-32-9	
Phénanthrène	$C_{14}H_{10}$	178,23 g/mol	94,05 % C	085-01-8	
Fluoranthène	$C_{16}H_{10}$	202,26 g/mol	95,0 % C	206-44-0	
Benzo(a)anthracène	$C_{18}H_{12}$	228,29 g/mol	94,45 % C	056-55-3	
Benzo(b)fluoranthène ^a	$C_{20}H_{12}$	252,32 g/mol	95,2 % C	205-99-2	
Benzo(a)pyrène ^a	$C_{20}H_{12}$	252,32 g/mol	95,2 % C	050-32-8	
Dibenzo(a,h)anthracène	$C_{22}H_{14}$	278,35 g/mol	94,7 % C	053-70-3	
Fluorène	$C_{13}H_{10}$	166,22 g/mol	93,59 % C	086-73-7	
Anthracène	$C_{14}H_{10}$	178,23 g/mol	94,05 % C	120-12-7	
Pyrène	$C_{16}H_{10}$	202,26 g/mol	95,0 % C	129-00-0	

Tableau 1 (suite)

Nom	Formule chimique	Masse molaire	Pourcentage de carbone	Numéro CAS	Structure
Chrysène	$C_{18}H_{12}$	228,29 g/mol	94,45 % C	218-01-9	
Benzo(k)fluoranthène ^a	$C_{20}H_{12}$	252,32 g/mol	95,2 % C	207-08-9	
Indéno(1,2,3-cd)pyrène ^a	$C_{22}H_{12}$	276,34 g/mol	95,6 % C	193-39-5	
Benzo(ghi)pérylène ^a	$C_{22}H_{12}$	276,34 g/mol	95,6 % C	191-24-2	

NOTE Les 15 HAP sélectionnés pour le dosage par la présente méthode correspondent à ceux de la liste EPA US, à l'exception de l'acénaphthylène. Ce dernier ne peut pas être dosé par la présente méthode, car il n'est pas actif en fluorescence.

^a Composés spécifiés dans la Directive du Conseil 98/83/CE.

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3 Principe

Les HAP présents dans l'échantillon aqueux sont extraits de l'échantillon d'eau à l'aide d'hexane. L'extrait est concentré par évaporation, et le résidu est repris dans un solvant approprié pour l'analyse par HPLC.

Si nécessaire, les extraits d'eaux de surface et autres échantillons d'eau contaminés sont purifiés par chromatographie sur silice avant l'analyse.

Les HAP sont séparés par HPLC à l'aide d'une phase stationnaire appropriée, en utilisant un gradient d'élution. L'identification et la quantification sont effectuées au moyen de la détection par fluorescence avec programmation de longueurs d'onde pour les longueurs d'onde d'excitation et d'émission.

NOTE Si seulement un nombre limité de HAP doivent être déterminés, la séparation peut également être réalisée en conditions isocratiques.

4 Interférences

4.1 Interférences lors de l'échantillonnage et de l'extraction

Utiliser des récipients d'échantillonnage constitués de matériaux (de préférence en acier ou en verre) qui ne modifient pas l'échantillon pendant la période de contact. Ne pas utiliser de matières plastiques ou d'autres matières organiques durant l'échantillonnage, le stockage de l'échantillon ou l'extraction.

Si des échantillonneurs automatiques sont utilisés, éviter l'utilisation de tubes en silicone ou en caoutchouc; le cas échéant, s'assurer qu'ils sont le plus court possible. Rincer la ligne d'échantillonnage avec l'eau à échantillonner avant le prélèvement de l'échantillon. Se référer à l'ISO 5667-2 et à l'ISO 5667-3 à titre de lignes directrices.

Protéger les échantillons de la lumière directe du soleil et éviter l'exposition prolongée à la lumière.

Au cours du stockage des échantillons, des pertes de HAP peuvent se produire du fait de l'adsorption sur les parois des récipients. L'importance des pertes dépend du temps de stockage.

4.2 Interférences lors de la chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC)

Les composés qui sont fluorescents ou qui diminuent la fluorescence et ont des propriétés chromatographiques similaires aux HAP à déterminer peuvent interférer avec le dosage. Ces interférences peuvent conduire à des signaux incomplètement résolus conduisant à un chevauchement de pics et peuvent, selon leur amplitude, affecter l'exactitude et la fidélité des résultats analytiques. Les pics asymétriques et les pics plus larges que les pics respectifs du composé de référence peuvent indiquer des interférences. Ce problème peut se produire pour le naphthalène et le phénanthrène selon la sélectivité des phases utilisées.

Une élimination incomplète des solvants employés pour le prétraitement de l'échantillon (hexane, acétone, dichlorométhane) peut conduire à une faible reproductibilité des temps de rétention et à un élargissement des pics ou à des pics doubles, particulièrement avec les HAP à 2 et à 3 noyaux.

La séparation entre le dibenzo(ah)anthracène et l'indéno(1,2,3-cd)pyrène peut être critique. Lorsqu'une résolution incomplète est constatée, l'intégration des pics doit être vérifiée et, si nécessaire, corrigée.

Généralement, le pérylène est incomplètement résolu du benzo(b)fluoranthène, mais en choisissant une longueur d'onde adéquate (voir Tableau A.1), le pic de pérylène peut être supprimé.

Étant donné que le pérylène peut être détecté dans les conditions données dans la méthode isocratique pour les HAP, lesquelles sont applicables à l'eau potable (voir Figure A.3), il convient de l'inclure dans l'étape d'étalonnage.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb7b7db3-b461-4be1-a77a-5109cc69bb0a/iso-17993-2002>

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, tels que «pour analyse de résidus» ou «pour analyse HPLC», dans la mesure où ils sont disponibles, et uniquement de l'eau distillée ou de pureté équivalente, de fluorescence aussi faible que possible.

Effectuer un contrôle à blanc pour s'assurer que les réactifs ne contiennent pas de HAP en concentrations détectables (voir 8.9).

5.1 Solvants.

5.1.1 Solvants pour extraction, comme suit:

- hexane, C₆H₁₄;
- d'autres solvants volatils peuvent être utilisés, s'il est prouvé que le rendement est équivalent ou meilleur.

5.1.2 Solvants pour la purification de l'extrait, comme suit:

- dichlorométhane, CH₂Cl₂;
- hexane, C₆H₁₄;
- *N,N*-diméthylformamide, (CH₃)₂NCHO;
- acétone, C₃H₆O.

NOTE Le dichlorométhane contient souvent des stabilisants, tels que l'éthanol ou l'amylène, qui peuvent influencer sur la capacité d'éluion de l'éluant. Sans stabilisant, des radicaux peuvent se développer, qui peuvent conduire à la dégradation des HAP. La présence de chlorure d'hydrogène indique la présence de radicaux. Il peut être déterminé en extrayant le dichlorométhane avec de l'eau et en mesurant la valeur du pH.

5.1.3 Solvants pour l'HPLC, comme suit:

- acétonitrile, CH₃CN;
- méthanol, CH₃OH.

5.2 Thiosulfate de sodium pentahydraté, Na₂S₂O₃·5H₂O.

5.3 Sulfate de sodium, Na₂SO₄, anhydre, purifié par chauffage à 500 °C.

5.4 Azote, ayant une concentration minimale par volume de 99,999 %.

5.5 Silice, ayant une taille moyenne des particules d'environ 40 µm, stockée dans un dessiccateur pour garantir une activité optimale.

NOTE Des cartouches de silice préremplies sont disponibles dans le commerce.

5.6 Tamis moléculaire en perles, complètement activé et ayant un diamètre de pore de 0,4 nm.

5.7 Composés de référence (répertoriés dans le Tableau 1).

En raison de la nature dangereuse de ces composés, il est vivement recommandé d'utiliser des solutions étalons disponibles dans le commerce, de préférence certifiées. Éviter tout contact avec la peau.

5.8 Solutions mères.

Les solutions spécifiées en 5.8.1 et 5.8.2 sont stables pendant au moins 12 mois si elles sont conservées dans l'obscurité à température ambiante et protégées contre l'évaporation.

5.8.1 Solutions mères de composés individuels, de ceux répertoriés dans le Tableau 1, diluées dans de l'acétonitrile (5.1.3) jusqu'à obtention d'une concentration en masse de 10 µg/ml par exemple.

Ces solutions sont nécessaires pour la confirmation et l'identification des HAP individuels dans le chromatogramme.

5.8.2 Solution mère de composés multiples, certifiée, diluée dans de l'acétonitrile (5.1.3) jusqu'à obtention d'une concentration en masse, par exemple de 10 µg/ml, des composés individuels respectifs.

5.9 Solutions de référence.

Préparer au moins 5 solutions d'étalonnage par dilution appropriée de la solution mère (5.8.2), en utilisant du méthanol (5.1.3) ou de l'acétonitrile (5.1.3) comme solvant. Le choix du solvant dépend de la composition de la phase mobile.

Transférer, par exemple, 50 µl de la solution mère dans une fiole jaugée de 5 ml, et compléter au volume avec de l'acétonitrile. 1 µl de cette solution de référence contient 100 pg des composés individuels respectifs.

Ces solutions restent stables pendant au moins une année lorsqu'elles sont stockées dans un endroit sombre à température ambiante et protégées de l'évaporation.

Contrôler régulièrement la stabilité des solutions de référence au moyen de mesurages dans le cadre du système interne d'assurance qualité.

Le contrôle de la concentration en masse de HAP dans la solution mère ne peut se faire que par comparaison avec une solution étalon indépendante, de préférence certifiée.