

---

---

**Qualité du sol — Dosage des pesticides  
organochlorés et des biphényles  
polychlorés — Méthode par  
chromatographie en phase gazeuse avec  
détection par capture d'électrons**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
*Soil quality — Determination of organochlorine pesticides and  
polychlorinated biphenyls — Gas-chromatographic method with electron  
capture detection*  
(standards.iteh.ai)

ISO 10382:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/acfe1b10-8478-42c8-b443-727e7208a410/iso-10382-2002>



**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 10382:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/acfe1b10-8478-42c8-b443-727e7208a410/iso-10382-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/acfe1b10-8478-42c8-b443-727e7208a410/iso-10382-2002>

© 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](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Principe</b> .....	1
4 <b>Réactifs</b> .....	2
5 <b>Appareillage</b> .....	4
6 <b>Préparation des solutions étalons de PCB et de POC</b> .....	7
7 <b>Échantillonnage et conservation des échantillons</b> .....	8
7.1 <b>Échantillonnage</b> .....	8
7.2 <b>Conservation et prétraitement des échantillons</b> .....	8
8 <b>Mode opératoire</b> .....	8
8.1 <b>Essai à blanc</b> .....	8
8.2 <b>Extraction et concentration</b> .....	8
8.3 <b>Purification de l'extrait</b> .....	9
8.4 <b>Séparation par chromatographie en colonnes entre PCB et POC non polaires d'une part et plusieurs POC polaires d'autre part</b> .....	10
8.5 <b>Analyse par chromatographie en phase gazeuse</b> .....	10
9 <b>Rapport d'essai</b> .....	14
10 <b>Exactitude</b> .....	15
<b>Annexe A (informative) Tableau des temps de rétention de biphényles polychlorés et de pesticides organochlorés pour deux colonnes capillaires différentes</b> .....	16
<b>Annexe B (informative) Schéma de préparation de solutions étalons comprenant les étalons internes</b> .....	17
<b>Annexe C (informative) Résultats d'un essai interlaboratoires réalisé aux Pays-Bas</b> .....	18
<b>Annexe D (informative) Élimination du soufre élémentaire et de certains autres composés soufrés organiques</b> .....	21
<b>Bibliographie</b> .....	23

## 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 10382 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

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

ISO 10382:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/acfe1b10-8478-42c8-b443-727e7208a410/iso-10382-2002>

# Qualité du sol — Dosage des pesticides organochlorés et des biphényles polychlorés — Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage quantitatif de sept biphényles polychlorés et de dix-sept pesticides organochlorés dans le sol.

La présente Norme internationale est applicable à tous les types de sol.

Dans les conditions spécifiées dans la présente Norme internationale, les limites de détection de 0,1 µg/kg à 4 µg/kg (exprimées en matières sèches) peuvent être obtenues.

## 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 10381-1, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 1: Lignes directrices pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*

ISO 10381-2, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 2: Lignes directrices pour les techniques d'échantillonnage*

ISO 11465:1993, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*

ISO 14507, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour la détermination des contaminants organiques*

## 3 Principe

L'échantillon pour essai est extrait avec un solvant hydrocarboné après un prétraitement.

L'extrait est concentré, puis les composés polaires sont éliminés en faisant passer l'extrait concentré à travers une colonne remplie d'oxyde d'aluminium. L'éluat est concentré.

Le soufre élémentaire est retiré de l'extrait concentré par un traitement avec un réactif tétrabutylammonium sulfite.

L'extrait est analysé par chromatographie en phase gazeuse. Les différents composés sont séparés à l'aide d'une colonne capillaire avec une phase stationnaire de faible polarité. La détection est réalisée avec un détecteur à capture d'électrons (ECD).

Les biphényles polychlorés (PCB) et les pesticides organochlorés (POC) sont identifiés et quantifiés en comparant les temps de rétention relatifs et les hauteurs de pics (ou aires de pics) relatives des étalons internes ajoutés aux variables correspondantes d'une solution d'étalons externes. L'efficacité de la procédure dépend de la composition du sol examiné. La procédure décrite ne tient pas compte de l'extraction incomplète causée par la structure et la composition de l'échantillon de sol.

La limite de détection dépend des substances à doser, des équipements utilisés, de la qualité des produits chimiques utilisés pour l'extraction de l'échantillon de sol et pour la purification de l'extrait.

NOTE 1 Pour confirmer l'identité de composés détectés et leur concentration, il est nécessaire de procéder à un examen plus approfondi. Cette confirmation peut être réalisée en procédant à une nouvelle analyse par chromatographie en phase gazeuse au moyen d'une colonne de polarité différente et/ou par chromatographie en phase gazeuse couplée avec une spectrométrie de masse (CG-SM).

NOTE 2 D'autres composés organochlorés non volatils, par exemple des chlorobenzènes, peuvent également être identifiés et quantifiés par cette méthode.

## 4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. La pureté des réactifs utilisés doit être vérifiée en procédant à un essai à blanc tel que spécifié en 8.1.

4.1 **Éther de pétrole**, domaine d'ébullition de 40 °C à 60 °C.

4.2 **Acétone**.

4.3 **n-Hexane**.

4.4 **Éther diéthylique**.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/acfe1b10-8478-42c8-b443-727e7208a410/iso-10382-2002>

L'éther diéthylique peut contenir des peroxydes qui risquent d'oxyder certaines substances à doser. Vérifier l'absence de peroxydes, par exemple en agitant l'éther diéthylique avec une solution fraîchement préparée à 10 % (fraction massique) de KI.

4.5 **Sulfate de sodium anhydre**, chauffé pendant au moins 6 h à 550 °C ± 20 °C, refroidir à environ 200 °C au four et ensuite à température ambiante dans un dessiccateur contenant du perchlorate de magnésium ou équivalent.

Le sulfate de sodium anhydre doit être conservé dans un récipient rigoureusement hermétique.

4.6 **Oxyde d'aluminium**, alcalin ou neutre, surface spécifique de 200 m<sup>2</sup>/g, activité Super I d'après Brockmann.

4.7 **Oxyde d'aluminium**, désactivé avec 10 % d'eau.

Ajouter 10 g d'eau à 90 g d'oxyde d'aluminium (voir 4.6). Agiter jusqu'à ce que tous les morceaux aient disparu. Laisser reposer l'oxyde d'aluminium avant utilisation pendant environ 16 h, dans un récipient hermétique à l'air.

4.8 **Gel de silice**, taille des particules 60 µm à 200 µm, désactivé avec 5 % d'eau.

Chauffer 95 g de gel de silice pendant au moins 24 h dans un four à 150 °C. Puis laisser refroidir dans un dessiccateur et ajouter 5 g d'eau. Agiter jusqu'à ce que tous les morceaux aient disparu. Laisser reposer le gel de silice avant utilisation pendant environ 16 h, dans un récipient hermétique à l'air.

Pour chaque nouveau lot d'oxyde d'aluminium ou de gel de silice, il convient de vérifier le modèle d'élution par rapport à une solution étalon de PCB et de POC. Si nécessaire, il convient de régler la désactivation de l'adsorbant (voir 8.4).

## 4.9 Étalons.

### 4.9.1 Biphényles polychlorés.

PCB- 28: Trichloro-2,4,4' biphényle	numéro CAS <sup>1)</sup> : 7012-37-5
PCB- 52: Tétrachloro -2,2',5,5' biphényle	numéro CAS: 35693-99-3
PCB-101: Pentachloro-2,2',4,5,5' biphényle	numéro CAS: 37680-73-2
PCB-118: Pentachloro-2,3',4,4',5 biphényle	numéro CAS: 31508-00-6
PCB-138: Hexachloro-2,2',3,4,4',5' biphényle	numéro CAS: 35065-28-2
PCB-153: Hexachloro-2,2',4,4',5,5' biphényle	numéro CAS: 35065-27-1
PCB-180: Heptachloro-2,2',3,4,4',5,5' biphényle	numéro CAS: 35065-29-3

NOTE Les numéros 28, 52, etc. correspondent aux numéros séquentiels des chlorobiphényles d'après les règles de l'UICPA pour la nomenclature des composés organiques.

### 4.9.2 Pesticides organochlorés.

Hexachlorobenzène (HCB)	numéro CAS: 118-74-1
$\alpha$ -Hexachlorocyclohexane ( $\alpha$ -HCH)	numéro CAS: 319-84-6
$\beta$ -Hexachlorocyclohexane ( $\beta$ -HCH)	numéro CAS: 319-85-7
$\gamma$ -Hexachlorocyclohexane ( $\gamma$ -HCH)	numéro CAS: 58-89-9
Aldrine	numéro CAS: 309-00-2
Dieldrine	numéro CAS: 60-57-1
Endrine	numéro CAS: 72-20-8
Heptachlore	numéro CAS: 76-44-8
Heptachlore époxyde (exo-, <i>cis</i> - ou isomère-a)	numéro CAS: 28044-83-9
Heptachlore époxyde (endo-, <i>trans</i> - ou isomère-b)	numéro CAS: 1024-57-3
$\alpha$ -Endosulfan	numéro CAS: 959-98-7
<i>p,p'</i> -DDE	numéro CAS: 72-55-9
<i>o,p'</i> -DDD	numéro CAS: 53-19-0
<i>o,p'</i> -DDT	numéro CAS: 784-02-6
<i>p,p'</i> -DDD	numéro CAS: 72-54-8
<i>o,p'</i> -DDE	numéro CAS: 3424-82-6
<i>p,p'</i> -DDT	numéro CAS: 50-29-3

1) Enregistrement utilisé par le Chemical Abstracts Service.

#### 4.9.3 Étalons internes.

PCB-155: Hexachloro-2,2',4,4',6,6' biphényle                      numéro CAS: 33979-03-2

Sélectionner un deuxième étalon interne, ne perturbant pas les analytes, parmi les substances suivantes:

PCB-143: Hexachloro-2,2',3,4,5,6' biphényle                      numéro CAS: 68194-15-0

PCB-207: Nonachloro-2,2',3,3',4,4',5,6,6' biphényle            numéro CAS: 52663-79-3

Mirex    numéro CAS: 2385-85-5

#### 4.10 Réactif de tétrabutylammonium (réactif TBA sulfite).

Saturer avec du sulfite de sodium une solution d'hydrogénosulfate de tétrabutylammonium dans un mélange composé d'un volume équivalent d'eau et d'alcool isopropylique,  $c[(C_4H_9)_4NHSO_4] = 0,1 \text{ mol/l}$ .

NOTE      25 g de sulfite de sodium devraient suffire pour 100 ml de solution.

#### 4.11 *n*-Heptane.

## 5 Appareillage

### 5.1 Verrerie courante de laboratoire.

L'ensemble de la verrerie à utiliser doit être soigneusement nettoyée de préférence dans un lave-vaisselle pendant un cycle de lavage habituel, suivi d'un rinçage à l'acétone et d'un autre rinçage à l'éther de pétrole ou à l'hexane.

**5.2 Flacons d'échantillonnage en verre**, de capacité nominale 1 l, avec une extrémité fileté et un bouchon revêtu de polytétrafluoroéthène (PTFE).

**5.3 Agitateur mécanique**, à mouvement horizontal (200 à 300 coups par minute).

**5.4 Bain d'eau**, réglable jusqu'à 100 °C.

**5.5 Ampoules à décanter**, de capacité 2 l.

**5.6 Fioles coniques**, de capacité 500 ml.

**5.7 Évaporateur**, Kuderna Danish (voir Figure 1).

D'autres évaporateurs, par exemple un évaporateur tournant, peuvent être utilisés s'ils s'avèrent tout aussi appropriés.

**5.8 Laine de quartz ou laine de verre silanisée**, rincée à l'éther de pétrole ou à l'hexane.

**AVERTISSEMENT** La manipulation de laine de quartz est un risque pour la santé en raison du dégagement de fines particules de quartz dont il convient d'empêcher l'inhalation en utilisant une hotte de laboratoire et en portant un masque à poussière.

**5.9 Perles facilitant l'ébullition**, de verre ou de porcelaine, rincées à l'éther de pétrole ou à l'hexane.

**5.10 Tubes à essais étalonnés**, de capacité 15 ml et munis d'un bouchon en verre rodé.

**5.11 Tubes de chromatographie** (voir Figure 2).

**5.12 Chromatographe en phase gazeuse**, équipé d'un système d'injection non discriminant, d'une colonne capillaire et d'un détecteur à capture d'électrons (ECD) basé sur  $^{63}\text{Ni}$ .

NOTE 1 L'utilisation d'une source radioactive scellée dans le détecteur ECD nécessite une licence d'autorisation en conformité avec les réglementations nationales.

NOTE 2 Les chromatographes en phase gazeuse équipés de deux détecteurs et de dispositifs reliant les deux colonnes capillaires au même système d'injection conviennent très bien pour cette analyse; avec ce type d'appareil, l'analyse de confirmation peut être réalisée simultanément.

**5.13 Colonne capillaire**, en silice fondue d'une longueur de 50 m et d'un diamètre intérieur d'environ 0,25 mm, recouverte d'une couche de polysiloxane réticulé.

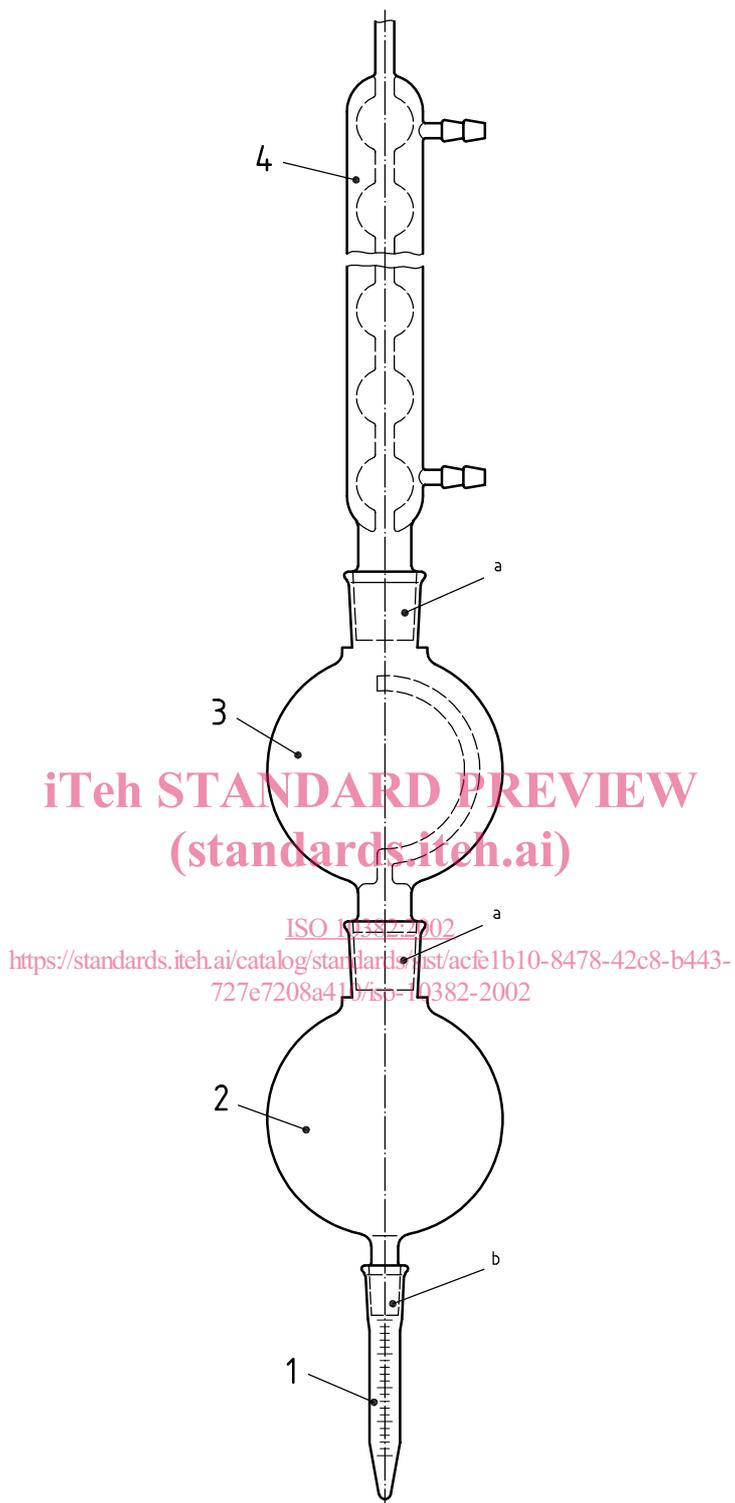
D'autres colonnes peuvent être utilisées également bien que, dans certains cas, on obtienne une séparation non satisfaisante. Une colonne revêtue d'une phase polaire modérée, par exemple CP-Sil 19, OV 1701 etc., doit être utilisée pour confirmer le résultat obtenu.

NOTE Les temps de rétention pour les PCB et POC sur les colonnes capillaires revêtues de CP-Sil 8 et CP-Sil 19 sont indiquées à l'annexe A.

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

[ISO 10382:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/acfe1b10-8478-42c8-b443-727e7208a410/iso-10382-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/acfe1b10-8478-42c8-b443-727e7208a410/iso-10382-2002>



**Légende**

- 1 Tube à essais gradué, capacité 15 ml
- 2 Ballon à distiller
- 3 Ballon récepteur
- 4 Condensateur à reflux

- a ISO 383 29/32
- b ISO 383 14/23

Tous les joints doivent être en conformité avec l'ISO 383.

**Figure 1 — Exemple d'un évaporateur (Kuderna Danish)**

Dimensions en millimètres

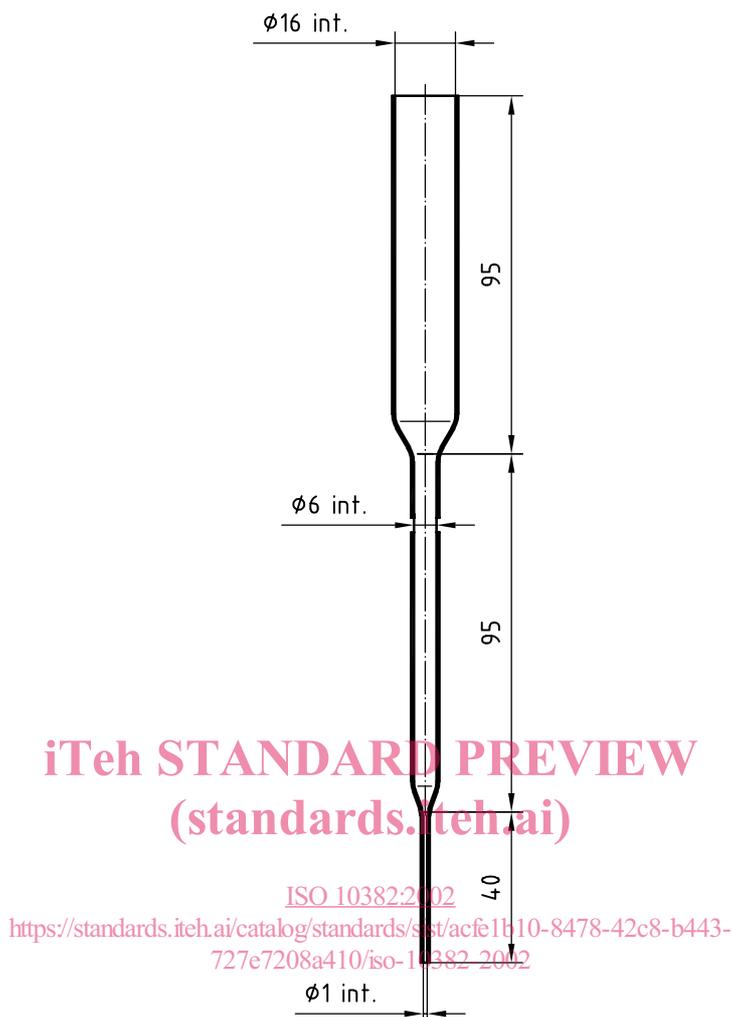


Figure 2 — Exemple de tube de chromatographie

## 6 Préparation des solutions étalons de PCB et de POC

Préparer des solutions étalons primaires concentrées de chaque composé individuel d'environ 0,4 mg/ml dans le *n*-heptane en pesant approximativement 10 mg de chacun des étalons (4.9) à 0,1 mg près et en les dissolvant dans 25 ml de *n*-heptane.

Vérifier la pureté des solutions étalons primaires par une analyse par chromatographie en phase gazeuse des solutions concernées. Utiliser de préférence un détecteur relativement courant tel qu'un détecteur à ionisation de flammes (FID) ou un détecteur de conductibilité thermique (TCD).

Ajouter de faibles quantités (2 ml à 10 ml) de ces solutions étalons primaires de chaque composé individuel à une solution étalon mélangée de PCB et de POC comprenant les étalons internes (voir annexe B). Avec cette solution, préparer les solutions étalons de travail par dilution, conformément à l'annexe B.

Il convient que les colonnes de chromatographie en phase gazeuse utilisées permettent de séparer complètement les composants présents dans les solutions étalons mélangées.

Conserver les solutions étalons primaires et les solutions étalons diluées à l'abri de la lumière et à une température inférieure à 4 °C.

NOTE Les solutions sont stables pendant au moins un an dans la mesure où l'évaporation de solvant est négligeable.