

---

---

**Qualité du sol — Dosage des  
hydrocarbures aromatiques  
polycycliques (HAP) — Méthode par  
chromatographie en phase gazeuse avec  
détection par spectrométrie de masse  
(CG-SM)**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)  
*Soil quality — Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons  
(PAH) — Gas chromatographic method with mass spectrometric  
detection (GC-MS)*

[ISO 18287:2006](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1cd64131-9bff-436f-a354-6a4619b29615/iso-18287-2006>



**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 18287:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1cd64131-9bff-436f-a354-6a4619b29615/iso-18287-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1cd64131-9bff-436f-a354-6a4619b29615/iso-18287-2006>

© ISO 2006

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

Publié en Suisse

**Sommaire**

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>4</b>
<b>6</b> <b>Échantillonnage, conservation et prétraitement</b> .....	<b>5</b>
<b>7</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>6</b>
<b>7.1</b> <b>Mode opératoire d'extraction</b> .....	<b>6</b>
<b>7.2</b> <b>Mode opératoire de purification</b> .....	<b>6</b>
<b>7.3</b> <b>Analyse de chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse</b> .....	<b>7</b>
<b>8</b> <b>Évaluation</b> .....	<b>9</b>
<b>9</b> <b>Caractéristiques de performance</b> .....	<b>10</b>
<b>10</b> <b>Assurance de la qualité</b> .....	<b>10</b>
<b>11</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>10</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Exemples de chromatogrammes types de CG-SM et de conditions instrumentales</b> .....	<b>11</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Résultats d'une comparaison interlaboratoires effectuée en Allemagne</b> .....	<b>14</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>18</b>

## 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 2.

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 du présent document 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 18287 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

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

ISO 18287:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1cd64131-9bff-436f-a354-6a4619b29615/iso-18287-2006>

## Introduction

La présente Norme Internationale repose principalement sur la méthode d'extraction décrite dans l'ISO 13877. Cette méthode est modifiée pour permettre la mise en œuvre de la chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse et elle est applicable aux différents degrés de pollution des sols par les HAP.

La présente Norme Internationale décrit deux méthodes d'extraction différentes, appelées méthode A et méthode B.

Méthode A (méthode en deux étapes): extraction d'un échantillon brut prélevé sur le terrain, avec de l'acétone et de l'éther de pétrole, suivie de l'élimination de l'acétone par lavage de l'extrait avec de l'eau comme spécifié dans l'ISO 13877.

Méthode B (méthode en une étape ou en ligne): extraction de l'échantillon brut prélevé sur le terrain avec un mélange d'acétone, d'éther de pétrole et d'eau en présence de chlorure de sodium. Il est préférable d'utiliser cette méthode avec des échantillons de sol ayant une forte teneur en matrice organique.

L'expérience a montré que ces deux méthodes sont applicables à des sols peu ou très pollués, tout en donnant des résultats comparables.

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

[ISO 18287:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1cd64131-9bff-436f-a354-6a4619b29615/iso-18287-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1cd64131-9bff-436f-a354-6a4619b29615/iso-18287-2006>

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

ISO 18287:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1cd64131-9bff-436f-a354-6a4619b29615/iso-18287-2006>

# Qualité du sol — Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) — Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse (CG-SM)

**PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ** — Certains HAP sont extrêmement cancérigènes; les manipuler avec la plus grande précaution. Éviter tout contact corporel avec des substances solides, des extraits de solvants et des solutions étalons de HAP. Il peut se produire une codistillation lorsque les HAP entrent en contact avec un solvant et ils peuvent alors se déposer à l'extérieur des flacons bouchés. En conséquence, manipuler tous les conteneurs remplis de solutions de HAP dans des solvants avec des gants résistants aux solvants, de préférence jetables. Il est possible de détecter la contamination des récipients par des HAP en exposant ceux-ci à un rayonnement UV à 366 nm. Il convient de stocker les récipients contenant des solutions de HAP en position verticale dans des béciers, afin d'éviter toute dispersion en cas de bris.

Les HAP solides sont extrêmement dangereux en raison du risque de dispersion des poudres par effet électrostatique. Ne manipuler ces substances que si l'on dispose du matériel adéquat (tel que des hottes aspirantes, des vêtements de protection, des masques à poussière, etc.). Il est vivement recommandé de centraliser la préparation des solutions étalons dans des laboratoires disposant d'un équipement adapté ou de se procurer lesdites solutions auprès de fournisseurs spécialisés dans leur préparation.

(standards.iteh.ai)

Éliminer les solutions avec solvants contenant des HAP conformément aux prescriptions concernant les déchets toxiques.

ISO 18287:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1cd64131-9bff-436f-a354-6a4619b29615/iso-18287-2006>

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie le dosage quantitatif de 16 hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) selon la liste de polluants prioritaires établie par l'Agence de protection de l'environnement (États-Unis) [Environmental Protection Agency (EPA), 1982]. La présente Norme internationale est applicable à tous les types de sols (échantillons bruts prélevés sur le terrain ou échantillons ayant été soumis à un séchage chimique), couvrant une large gamme de niveaux de contamination par les HAP.

Dans les conditions spécifiées dans la présente Norme internationale, une limite inférieure d'application de 0,01 mg/kg (exprimée en matière sèche) peut être garantie pour chacun des HAP.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

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

ISO 14507:2003, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour la détermination des contaminants organiques*

ISO 10381-8, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 8: Lignes directrices pour l'échantillonnage des stocks de réserve*

ISO 16720, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons par lyophilisation pour analyse subséquente*

### 3 Principe

L'extraction est effectuée en utilisant de l'acétone et de l'éther de pétrole. L'acétone est un extractant efficace, notamment parce qu'elle est capable de disloquer les agrégats de sol. L'éther de pétrole accroît l'efficacité de l'extraction et son utilisation comme solvant est nécessaire lors de la procédure de concentration qui suit. Il convient que toute méthode d'extraction des HAP utilise au moins 50 ml d'acétone et 50 ml d'éther de pétrole (pour un échantillon ayant été soumis à un séchage chimique). Si l'échantillon utilisé est humide, il convient d'augmenter la quantité d'acétone jusqu'à au moins 100 ml. Différentes méthodes d'extraction peuvent conduire aux mêmes résultats, à condition qu'elles respectent les recommandations susmentionnées. Si l'échantillon contient une grande quantité d'eau ou si l'on a ajouté de l'eau, il convient d'ajouter du chlorure de sodium (NaCl) pour augmenter l'efficacité de l'extraction.

La présente Norme décrit deux méthodes d'extraction différentes, appelées A et B.

Méthode A (méthode en deux étapes): Un échantillon brut prélevé sur le terrain est extrait à deux reprises avec de l'acétone, puis on ajoute de l'éther de pétrole à l'extrait d'acétone. L'extrait est lavé deux fois à l'eau puis la phase organique est déshydratée avec du sulfate de sodium anhydre.

Méthode B (méthode en une étape ou en ligne): Un échantillon brut prélevé sur le terrain est extrait avec un mélange d'acétone, d'éther de pétrole, d'eau et de chlorure de sodium, en proportions définies. Une aliquote de la phase organique est déshydratée avec du sulfate de sodium anhydre.

Si nécessaire, une étape de purification par chromatographie par adsorption sur gel de silice, ainsi qu'une étape de concentration, peuvent être ajoutées.

L'extrait est ensuite analysé par chromatographie capillaire en phase gazeuse. L'identification et la quantification des HAP sont effectuées par détection par spectrométrie de masse, en utilisant des HAP deutérés appropriés comme étalons internes.

### 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et exempts de HAP. Un dosage à blanc doit être réalisé afin de s'assurer que les réactifs ne contiennent pas de HAP en concentrations détectables.

- 4.1 **Eau**, utiliser uniquement de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.
- 4.2 **Acétone**, pour analyse des résidus.
- 4.3 **Éther de pétrole**, pour analyse des résidus (domaine d'ébullition de 40 °C à 60 °C).
- 4.4 **Cyclohexane**, pour analyse des résidus.
- 4.5 **Isooctane**, pour analyse des résidus.
- 4.6 **Chlorure de sodium**, anhydre.
- 4.7 **Sulfate de sodium**, anhydre, pour analyse des résidus.

**4.8 Perchlorate de magnésium ou produit desséchant approprié.**

**4.9 Gel de silice 60**, pour colonne de chromatographie, grosseur de particules de 63 µm à 200 µm.

**4.10 Gel de silice 60**, teneur en eau:  $w(\text{H}_2\text{O}) = 10 \%$  (en masse).

Préparation: chauffer du gel de silice 60 (4.9) pendant au moins 3 h à 450 °C, refroidir dans un dessiccateur (5.13) et conserver avec du perchlorate de magnésium ou un produit desséchant approprié (4.8). Avant utilisation, chauffer pendant au moins 5 h à 130 °C dans une étuve de séchage (5.14). Ensuite, faire refroidir dans un dessiccateur et ajouter 10 % d'eau (fraction massique) dans un ballon. Agiter énergiquement à la main pendant 5 min jusqu'à disparition de tous les grumeaux, puis pendant 2 h dans un agitateur (5.3).

Stocker le gel de silice désactivé à l'abri de l'air et l'utiliser dans la semaine.

**4.11 Substances de référence, étalons internes**

Choisir des substances étalons internes ayant des propriétés physiques et chimiques (telles que leur comportement à l'extraction et leur temps de rétention) similaires à celles des composés à analyser. Il convient d'utiliser des HAP deutérés comme étalons internes pour l'évaluation des résultats dans le cadre de la méthode de CG-SM utilisée dans la présente Norme internationale. Vérifier régulièrement la stabilité des étalons internes. Le Tableau 1 contient des HAP naturels et des HAP deutérés.<sup>1)</sup>

**Tableau 1 — HAP naturels et HAP deutérés**

HAP — Substances de référence	N° CAS	HAP deutérés — Substances étalons internes
Naphthalène	91-20-3	Naphthalène-d <sub>8</sub>
Acénaphthène	83-32-9	Acénaphthène-d <sub>10</sub>
Acénaphthylène	208-96-8	
Fluorène	86-73-7	
Anthracène	120-12-7	
Phénanthrène	85-01-8	Phénanthrène-d <sub>8</sub>
Fluoranthène	206-44-0	
Pyrène	129-00-0	
Benz[a]anthracène	56-55-3	Benz[a]anthracène-d <sub>12</sub>
Chrysène	218-01-9	
Benzo[b]fluoranthène	205-99-2	Benzo[e]pyrène-d <sub>12</sub>
Benzo[k]fluoranthène	207-08-9	
Benzo[a]pyrène	50-32-8	
Indéno[1,2,3-cd]pyrène	193-39-5	Pérylène-d <sub>12</sub>
Dibenz[ah]anthracène	53-70-3	
Benzo[ghi]pérylène		

1) Il est possible de se procurer des solutions certifiées de HAP et des HAP individuels solides de pureté certifiée auprès d'un nombre limité de fournisseurs, par exemple Institute of Reference Materials and Measurements (IRMM) B-2440 Geel, Belgique et National Institute of Science and Technology, Office of Standard Ref. Data, Washington D.C. 20234 États-Unis; il existe d'autres fournisseurs. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard des fournisseurs mentionnés ci-dessus.

#### 4.12 Solutions étalons pour CG-SM

Si l'on utilise une solution mère étalon certifiée du HAP recherché, disponible dans le commerce, on prépare les solutions d'étalonnage avec différents niveaux de concentration de HAP, en diluant dans des fioles jaugées (5.8) un volume approprié de solution mère avec du cyclohexane (4.4).

##### 4.12.1 Solution mère monosubstance

Si l'on n'utilise pas de solutions étalons certifiées, préparer des solutions mères de chaque substance en pesant approximativement 10 mg de chacun des étalons de «HAP naturels» et de «HAP deutérés» (voir Tableau 1), à 0,1 mg près, dans une fiole jaugée de 50 ml, puis en les dissolvant dans du cyclohexane. Diluer au trait de jauge avec du cyclohexane (200 µg/ml).

Conserver les solutions mères monosubstances à l'abri de la lumière, à une température d'environ – 15 °C à – 18 °C.

##### 4.12.2 Solution mère contenant plusieurs HAP

Transférer de 1 ml à 5 ml (volume ajusté pour chacun des composés en fonction de leur occurrence dans le sol) de chaque solution mère monosubstance (4.12.1) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait de jauge avec du cyclohexane (de 2 µg/ml à 10 µg/ml).

##### 4.12.3 Solution mère contenant plusieurs étalons internes

Transférer 5 ml de chacune des solutions mères monosubstances (4.12.1) de HAP deutérés dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait de jauge avec du cyclohexane (10 µg/ml).

Conserver les solutions diluées 4.12.2 et 4.12.3 à environ + 4 °C, à l'abri de la lumière et de toute évaporation.

NOTE Les solutions mères restent stables pendant une année environ.

##### 4.12.4 Solutions d'étalonnage

Préparer une gamme appropriée de solutions d'étalonnage (par exemple de 0,20 µg/ml à 5,0 µg/ml) en transférant de 1 ml à 5 ml de solution mère contenant plusieurs HAP (4.12.2) et 1 ml de la solution mère contenant plusieurs étalons internes (4.12.3) dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au trait de jauge avec du cyclohexane. Chaque solution d'étalonnage ainsi préparée contient donc nominalelement 1,0 µg/ml de chaque HAP deutéré.

NOTE Les solutions d'étalonnage restent stables pendant une année environ.

## 5 Appareillage

Matériel et verrerie de laboratoire courants.

Toute la verrerie doit être soigneusement nettoyée, de préférence au lave-vaisselle, en utilisant un programme de lavage ordinaire suivi d'un rinçage à l'acétone, puis à l'éther de pétrole. Il est également autorisé de chauffer les récipients en verre à 450 °C pendant 2 h.

**5.1 Récipients d'échantillonnage**, en verre brun, de 1 l de capacité nominale, à capuchons vissés avec joint en polytétrafluoroéthylène (PTFE).

**5.2 Diviseur d'échantillons**.

**5.3 Agitateur**, à mouvement horizontal (de 200 mouvements à 300 mouvements par min).

**5.4 Concentrateur**, Kuderna Danish, ou **évaporateur** rotatif.

- 5.5 Bain-marie**, réglable jusqu'à 100 °C.
- 5.6 Capsule**, en acier inoxydable.
- 5.7 Fioles coniques**, de 100 ml, 500 ml et 1 000 ml de capacité, à capuchons vissés avec joint en polytétrafluoroéthylène (PTFE).
- 5.8 Fioles jaugées**, d'une capacité nominale de 10 ml, 50 ml et 100 ml.
- 5.9 Ampoules à décanter**, d'une capacité de 250 ml, 500 ml et 1 000 ml.
- 5.10 Pipettes graduées**, de 1 ml, 2 ml, 5 ml et 10 ml et **pipettes Pasteur**.
- 5.11 Seringue**, de 100 µl, graduée en microlitres.
- 5.12 Centrifugeuse**, avec **tubes** de 100 ml, à capuchon vissé.
- 5.13 Dessicateur**.
- 5.14 Étuve de séchage**, réglable jusqu'à 150 °C.
- 5.15 Laine de verre**, silylée.
- 5.16 Colonne de chromatographie**, avec réservoir de stockage supérieur, robinet inférieur en PTFE, de 250 mm de longueur et de 10 mm de diamètre intérieur.
- 5.17 Appareil de chromatographie en phase gazeuse**, équipé d'un système d'injection approprié, d'une colonne capillaire et d'un détecteur par spectrométrie de masse (CG-SM).
- 5.18 Colonnes capillaires**: il convient d'utiliser une colonne capillaire en silice fondue ayant une longueur de 30 m et un diamètre intérieur de 0,22 mm, revêtue d'un film de polysiloxane réticulé non polaire ou de polysiloxane modifié légèrement polaire permettant d'obtenir une séparation satisfaisante. La colonne doit permettre de séparer du benzo[a]pyrène et du benzo[e]pyrène.

## 6 Échantillonnage, conservation et prétraitement

Réaliser l'échantillonnage conformément à l'ISO 10381-1 et à l'ISO 10381-8. Les échantillons bruts prélevés sur le terrain doivent être conservés dans des récipients appropriés (5.1), à l'abri de la lumière, à une température inférieure à 10 °C (réfrigérateur) et pendant une durée maximale de 7 j. Si nécessaire, procéder au traitement des échantillons de grande taille conformément à la description donnée dans l'ISO 10381-8 pour ramener la taille de l'échantillon à 1 kg. Prétraiter l'échantillon obtenu conformément à l'ISO 14507:2003 (appliquer le mode opératoire 8.4 pour obtenir un échantillon brut prétraité et le mode opératoire 8.3 pour obtenir un échantillon soumis à un séchage chimique). S'il est choisi de lyophiliser l'échantillon, appliquer l'ISO 16720.

Déterminer et enregistrer les pourcentages en masse des fractions inférieures à 2 mm et supérieures à 2 mm.

Déterminer la teneur en matière sèche de l'échantillon brut conformément à l'ISO 11465.