
**Qualité du sol — Lignes directrices pour
l'identification de composés cibles par
chromatographie en phase gazeuse et
spectrométrie de masse**

*Soil quality — Guidelines for the identification of target compounds by
gas chromatography and mass spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22892:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/539a3484-5d4c-4d6f-8251-ee24d33dde59/iso-22892-2006>



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 22892:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/539a3484-5d4c-4d6f-8251-ee24d33dde59/iso-22892-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/539a3484-5d4c-4d6f-8251-ee24d33dde59/iso-22892-2006>

© 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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Principe	1
3 Termes et définitions	1
4 Appareillage	2
5 Mode opératoire	3
5.1 Temps de rétention	3
5.2 Spectres de masse, sélection des ions de diagnostic	3
6 Qualification	4
6.1 Mode opératoire de CG-SM	4
6.2 Autres informations	5
6.3 Notation de la présence des composés cible	6
6.3.1 Identification	6
6.3.2 Indication	8
6.3.3 Absence de composé cible (au-dessous de la limite de détection)	8
7 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Ions de diagnostic à utiliser pour l'identification par CG-SM	10
Annexe B (informative) Exemples	13
Annexe C (informative) Exemples de spectres	19
Bibliographie	21

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 22892 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 22892:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/539a3484-5d4c-4d6f-8251-ee24d33dde59/iso-22892-2006>

Introduction

Dans de nombreuses normes d'analyse, on utilise la chromatographie en phase gazeuse (CG) en association avec une méthode de détection par spectrométrie de masse (SM). Ce détecteur est un outil puissant à condition d'être utilisé convenablement. La présente Norme internationale fournit des lignes directrices permettant l'identification de composés cibles. Elle peut être utilisée conjointement avec des normes spécifiques d'analyse ou avec n'importe quel mode opératoire de CG-SM. Le résultat obtenu au moyen du mode opératoire décrit est: identifié, indiqué ou absent.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 22892:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/539a3484-5d4c-4d6f-8251-ee24d33dde59/iso-22892-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/539a3484-5d4c-4d6f-8251-ee24d33dde59/iso-22892-2006>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22892:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/539a3484-5d4c-4d6f-8251-ee24d33dde59/iso-22892-2006>

Qualité du sol — Lignes directrices pour l'identification de composés cibles par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale donne des critères pour l'identification par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (CG-SM) de composés cibles dans des échantillons de sol. Elle est destinée à être utilisée avec des normes élaborées pour permettre le dosage de composés spécifiques. Les critères d'identification sont fondés sur la comparaison des temps de rétention, puis sur l'interprétation des spectres de masse d'ionisation électronique ou, au besoin, sur des techniques de spectrométrie de masse supplémentaires et d'autres facteurs pertinents.

NOTE La présente Norme internationale est également applicable à d'autres échantillons prélevés dans l'environnement.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Principe

Un composé cible est considéré comme identifié lorsque les valeurs des paramètres mesurés satisfont aux critères spécifiés dans la présente Norme internationale ou dans celle qui décrit les modes opératoires d'analyse relatifs au composé cible. Ces critères sont fondés sur les temps de rétention relatifs, l'abondance des ions de diagnostic sélectionnés en mode balayage et mesurés en mode scrutation d'ions spécifiques (SIM), ainsi que sur d'autres facteurs pertinents. Il est possible d'utiliser des informations complémentaires sur les ions de diagnostic, contenues dans les Normes internationales spécifiques relatives à l'analyse du composé cible. Le principe du dénombrement des points de concordance est utilisé pour l'identification.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

composé cible

composé sélectionné dont on est en train d'établir la présence ou l'absence

NOTE Cette définition s'applique également aux dérivés du composé d'origine qui sont formés au cours d'un mode opératoire de dérivation spécifique ou lors d'une dérivation en ligne.

3.2

composé étalon

composé cible, de la plus grande pureté possible, qui peut être utilisé comme une référence au cours de l'analyse

NOTE Il convient que les impuretés n'aient pas d'influence sur le spectre de masse du composé étalon.

3.3

étalon de temps de rétention

composé qui est ajouté à l'échantillon (ou à l'extrait d'échantillon) et à la solution d'étalonnage et qui sert à calculer les temps de rétention relatifs des composés cibles

NOTE L'étalon de temps de rétention peut être identique à l'étalon interne ou aux étalons internes.

3.4

temps de rétention relatif

rapport entre le temps de rétention du composé cible et celui de l'étalon de temps de rétention

3.5

concentration minimale pour l'identification

concentration la plus faible du composé cible qui, si celui-ci est présent dans l'échantillon, peut être identifiée en utilisant les critères d'identification définis dans la présente Norme internationale

NOTE 1 Cela nécessite que l'ion de diagnostic sélectionné ayant la plus faible abondance soit encore présent dans le spectre de masse à un rapport signal/bruit (S/B) supérieur à 3:1.

NOTE 2 Cette concentration dépend beaucoup de la sensibilité de l'instrument et des caractéristiques de performance de la méthode d'analyse.

3.6

ion de diagnostic

ion fragment sélectionné, ion moléculaire ou autre ion caractéristique issu du spectre de masse du composé cible présentant la spécificité la plus élevée possible

3.7

indice de concordance

point de concordance

résultat des investigations en spectrométrie de masse ou d'autres recherches/informations destinées à identifier un composé dans des matrices environnementales

3.8

acquisition en mode scrutation d'ions spécifiques

SIM

mode de mesure concernant uniquement l'abondance des ions de diagnostic sélectionnés

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 22892:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/559a2464-3d4c-4d01-8251-ee24d33dde59/iso-22892-2006>

4 Appareillage

Du fait que la présente Norme internationale est complémentaire par rapport à d'autres normes utilisant la CG-SM, il est supposé que l'instrumentation utilisée satisfait aux exigences de ces normes et que dès lors une description détaillée n'entre pas dans le domaine d'application de la présente Norme internationale. Des exigences d'assurance qualité appropriées sont exposées dans l'ISO/CEI 17025.

Les exigences minimales sont les suivantes:

Mode d'ionisation: Impact d'électron.

Énergie d'ionisation: Fonction de l'application (généralement 70 eV).

Plage de masses: Les pics (masses) ayant un rapport S/B < 3 ne sont pas pris en considération et la plage de balayage est limitée entre 35 (afin d'éviter le mesurage de l'oxygène et de l'azote) et la masse la plus élevée du composé cible + 10 unités de masse atomique (u) lors des mesurages par balayage complet.

Vitesse de balayage: Il convient que la vitesse de balayage soit égale à 10 fois la fréquence d'apparition des pics avec un minimum de sept balayages par pic.

Mode de balayage: Cyclique, linéaire.

Balayage complet ou acquisition en courant d'ions sélectionné.

Résolution de masse: À régler sur la résolution nominale, la largeur du pic à mi-hauteur de chaque masse réglée ne doit pas dépasser 0,7 u.

5 Mode opératoire

5.1 Temps de rétention

Le temps de rétention relatif du composé cible doit être déterminé en utilisant une solution d'étalonnage contenant un nombre approprié d'étalons internes. L'emploi d'étalons internes est souvent prescrit dans la norme spécifique qui décrit le dosage du composé cible. Les temps de rétention relatifs sont calculés à l'aide du ou des étalons de temps de rétention. Le temps de rétention relatif calculé doit avoir une valeur inférieure à 2.

5.2 Spectres de masse, sélection des ions de diagnostic

S'ils sont disponibles, trois ions de diagnostic doivent être sélectionnés pour chaque composé cible. Leurs abondances respectives, I_1 , I_2 , I_3 , doivent être déterminées avec la solution d'étalonnage (au moins trois injections) en utilisant l'aire des pics ou leur hauteur dans les chromatogrammes correspondants donnant le courant ionique extrait. Les abondances relatives sont calculées sous la forme du rapport des hauteurs (ou aires) d'un pic déterminé à la hauteur (ou à l'aire) du pic de l'ion de diagnostic le plus abondant. L'annexe A présente un tableau d'ions de diagnostic appropriés pour une gamme de substances. Des ions de diagnostic peuvent également être spécifiés dans la méthode normalisée utilisée.

Il n'est pas toujours possible d'obtenir trois ions de diagnostic (par exemple des hydrocarbures aromatiques polycycliques). Dans ce cas, sélectionner les ions disponibles.

Il convient que les ions de diagnostic aient un «caractère univoque» élevé [3]. Les aspects suivants sont suggérés:

- il convient de privilégier des valeurs m/z élevées en raison de leur signification plus forte;
- les fragments de masse paire sont préférés aux fragments de masse impaire;
- si possible, il convient de sélectionner l'ion moléculaire parmi les ions de diagnostic;
- il est préférable que l'abondance des ions de diagnostic soit supérieure à 15 %, au regard du pic de base du spectre;
- si des générations d'isotopes caractéristiques sont présentes dans le spectre de masse (par exemple le chlore), il convient de sélectionner deux ions de diagnostic par famille d'isotopes. Les isotopes peuvent être très caractéristiques de composés complexes, tels que les composés organostanniques;
- si, au cours de la préparation de l'échantillon, les composés cibles ont été dérivés avec un réactif à faible spécificité, il convient que seul un des ions M^+ et $[M\text{-der}]^+$ soit sélectionné comme ion de diagnostic (M^+ est l'ion moléculaire du composé cible dérivé);
- lors de la sélection des ions de diagnostic, les éventuels artéfacts dus aux colonnes chromatographiques doivent être pris en considération en évitant les masses correspondantes (par exemple, m/z 73, 207, 281).

La forme de pic et le temps de rétention de tous les ions de diagnostic mesurés doivent être identiques. Des substances co-éluées peuvent influencer sur la forme du pic. Dans la mesure où le pic considéré peut être intégré séparément, il peut être utilisé. Pour le temps de rétention, les critères sont les maxima des pics des chromatogrammes du courant ionique extrait.

Les ions de diagnostic sont supposés provenir uniquement de l'analyte étudié. Cela implique que théoriquement, tous les ions de diagnostic appartenant à un seul et même analyte présentent le même temps de rétention. Si le temps de rétention d'un ion de diagnostic sélectionné est différent des temps de rétention des autres ions de diagnostic du même analyte, il se peut qu'une substance co-éluée ou une substance partiellement séparée donnant la même masse soit présente. Dans ce cas, l'ion de diagnostic concerné ne peut pas être utilisé.

L'exactitude du temps de rétention dépend du nombre de balayages réalisés sur le pic chromatographique et, par conséquent, de la vitesse de balayage. Du fait que la vitesse de balayage est limitée, il convient d'autoriser de faibles différences de temps de rétention pour les ions de diagnostic.

Comme critère approprié pour la différence de temps de rétention autorisée pour tous les ions de diagnostic d'un même analyte, il ne faut pas dépasser 20 % de la largeur du pic à mi-hauteur. Par conséquent, les différences de temps de rétention des maxima de pic de tous les ions de diagnostic sélectionnés dans les chromatogrammes du courant ionique extrait appartenant au même analyte ne doivent pas être supérieures à 20 % de la largeur du pic à mi-hauteur. Pour la plupart des analyses, cela signifie une différence acceptable de 1 s. Ces critères s'appliquent à la fois à la solution d'étalonnage et à l'échantillon.

NOTE 1 L'ion de diagnostic pour MTBE et TAME est m/z 73.

NOTE 2 Les rapports des ions de diagnostic peuvent varier en raison de la saturation.

6 Qualification

6.1 Mode opératoire de CG-SM

Le mode opératoire utilisé pour identifier un composé consiste en trois étapes (voir organigramme à la Figure 1):

— **Étape 1:** Résultat de la chromatographie en phase gazeuse

Le temps de rétention relatif doit remplir les critères énoncés (voir 6.3, Étape 1). L'Étape 1 doit être positive avant de passer à l'Étape 2. (standards.iteh.ai)

— **Étape 2:** Recueil des indices de concordance sur la base des modes opératoires d'analyse

Pour la qualification, le principe des indices de concordance est utilisé¹⁾. Ces derniers peuvent être obtenus à partir des données de spectrométrie de masse, mais également à partir d'autres informations analytiques.

— **Étape 3:** Recueil d'indices de concordance supplémentaires à partir d'informations connues relatives à l'échantillon ou au site d'échantillonnage, et de l'interprétation de ces informations.

La classification suivante peut donc être obtenue.

a) *Identification* (voir 6.3.1)

Le composé cible est présent dans l'extrait analysé. Au moins trois indices de concordance sont obtenus.

b) *Indication* (voir 6.3.2)

Il se peut que le composé cible soit présent. Un ou deux indices de concordance sont obtenus.

c) *Absence* (au-dessous de la limite de détection) (voir 6.3.3)

Aucun indice de concordance n'est obtenu en utilisant la spectrométrie de masse.

Tout d'abord, les résultats de la spectrométrie de masse sont évalués. Pour chaque pic d'ions satisfaisant aux critères donnés en 6.3, Étape 2, on obtient un indice de concordance. Trois indices de concordance donnent une identification positive. S'il y a moins de trois pics d'ions, du fait de la sensibilité ($S/B < 3$) ou de l'absence de fragments (HAP), il faut recueillir d'autres indices de concordance en utilisant d'autres preuves. Plusieurs possibilités sont données dans le Tableau 1 et sont également expliquées dans l'Annexe B.

Tableau 1 — Exemples de nombre d'indices de concordance, sous réserve que les critères soient satisfaits

Source	Indices de concordance <i>n</i>	Remarque
Ion de diagnostic	1	Tous les ions ayant un rapport S/B > 3
Absence de tout autre ion dans le balayage complet	1	Ions de diagnostic en balayage complet avec S/B > 3
Colonne ayant une autre polarité ^a	1	Critère de CG (valeur de temps de rétention supplémentaire)
Dilution isotopique	1	
Dopage d'un composé/ajout dosé	1	
Empreinte chromatographique	1	par exemple PCB, HAP, dioxines
Autres techniques d'analyse	1	Toute autre technique (à savoir CL) ou tout autre détecteur sélectif (à savoir DCE)
CG-SM (par IE et IC; positif/négatif)	3	1 (IE) + 2 (IC)
CG-SM-SM	4	1 précurseur et 2 filles (ion produit)
SM-HR (SM à haute résolution)	2	Tous les ions ayant un rapport S/B > 3
Supposition, possibilité, recherches antérieures	1	Voir 6.2
NOTE D'autres exemples avec d'autres techniques sont donnés en [1].		
^a Non valide pour des composés non séparés (isomères) ayant la même masse (chrysène/triphénylène, m/p-xylène).		

6.2 Autres informations

ISO 22892:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/539a3484-5d4c-4d6f-8251->

L'interprétation de données environnementales fait toujours appel à une combinaison d'analyses de données, aux connaissances se rapportant à l'origine de l'échantillon et à celles relatives au comportement des contaminants et des processus qui interviennent ou peuvent intervenir. Cela est également vrai pour l'interprétation d'une analyse par CG-SM. Comme indiqué, un composé est identifié si 3 indices de concordance sont obtenus. Si seulement 1 ou 2 ions de diagnostic sont présents, d'autres indices de concordance sont nécessaires. Dans la présente Norme internationale, le recueil d'indices de concordance supplémentaires à l'aide des modes opératoires d'analyse fait partie de l'Étape 2. L'exploitation d'informations relatives à l'échantillon et l'interprétation desdites informations est réalisée lors de l'Étape 3. Un autre indice de concordance est obtenu si un ou plusieurs des critères suivants sont remplis.

NOTE En principe, un indice de concordance obtenu lors de l'Étape 3 n'est pas de même nature que les indices de concordance obtenus lors de l'Étape 1 et de l'Étape 2. Ils sont obtenus par l'interprétation d'informations supplémentaires non analytiques. Dans la présente Norme internationale, le terme «indice de concordance» (3.7) désigne les indices obtenus lors des trois étapes.

Étape 2: recueil des indices de concordance sur la base des modes opératoires d'analyse.

- Aucun autre ion n'est visible en mode de balayage complet et cela est conforme au spectre de masse du composé pur (par exemple HAP).
- L'identification est conforme à un modèle chromatographique normalement rencontré ou rencontré sur ce site (par exemple PCB ou HAP).
- Pour les composés volatils, la spécificité des fragments de masse en combinaison avec leur temps de rétention sera généralement suffisante. Leur volatilité correspond à une faible masse moléculaire, ce qui limite le nombre possible de résultats faussement positifs: il ne peut exister de composés de faible masse moléculaire ayant à la fois des temps de rétention identiques sur une colonne de CG et des spectres de masse similaires.