
**Qualité de l'eau — Dosage de certains
explosifs et de composés apparentés —
Méthode utilisant la chromatographie en
phase liquide à haute performance
(CLHP) avec détection UV**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Water quality — Determination of certain explosives and related
compounds — Method using high-performance liquid chromatography
(HPLC) with UV detection*

ISO 22478:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a0b94ffd-254c-4282-a62c-d4fab90d70c/iso-22478-2006>



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 22478:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a0b94ffd-254c-4282-a62c-d4fab90d70c/iso-22478-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a0b94ffd-254c-4282-a62c-d4fab90d70c/iso-22478-2006>

© 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 Références normatives	1
3 Principe	2
4 Interférences	4
5 Réactifs	4
6 Appareillage	5
7 Échantillonnage	6
8 Mode opératoire	7
9 Étalonnage	8
10 Traitement des résultats	11
11 Expression des résultats	12
12 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Exemples de chromatogrammes CLHP	13
Annexe B (informative) Spectres UV des composés du Tableau 1	20
Annexe C (informative) Interférences dues à la dégradation du tétryl (CE) lors d'une exposition à la lumière du jour	23
Annexe D (informative) Données de fidélité	25

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 22478 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 22478:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a0b94ffd-254c-4282-a62c-d4fab90d70c/iso-22478-2006>

Introduction

On trouve fréquemment des explosifs et des composés apparentés dans les eaux souterraines situées à proximité de terrains pollués par des résidus d'armement, et leur présence peut également être décelée dans l'eau potable issue de bassins de captage voisins. La gamme de polluants rencontrés varie en fonction du déchet considéré mais, en règle générale, il n'englobe pas la totalité des composés énumérés dans le Tableau 1. Plus communément, des échantillons d'eaux souterraines contenant ces polluants peuvent contenir de nombreuses autres substances telles que de l'acide nitrobenzoïque, de l'acide dinitrobenzoïque, des nitrophénols et des amines aromatiques. Les composés énumérés dans le Tableau 1 sont souvent utilisés pour les analyses exploratoires de déchets d'armement.

Lors de l'utilisation de la présente Norme internationale, il pourra se révéler nécessaire, dans certains cas, de déterminer si des problèmes particuliers nécessiteront de spécifier des conditions supplémentaires et, le cas échéant, dans quelle mesure la spécification se fera.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 22478:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a0b94ffd-254c-4282-a62c-d4fab90d70c/iso-22478-2006>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22478:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a0b94ffd-254c-4282-a62c-d4fab90d70c/iso-22478-2006>

Qualité de l'eau — Dosage de certains explosifs et de composés apparentés — Méthode utilisant la chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) avec détection UV

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente norme n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais conduits conformément à la présente Norme internationale soient exécutés par du personnel adéquatement qualifié.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage de certains explosifs, notamment les nitrotoluènes, les nitro-amines et les nitro-esters, ainsi que de composés apparentés (sous-produits et produits de dégradation) tels que ceux indiqués dans le Tableau 1, dans l'eau potable, dans les eaux souterraines et dans les eaux de surface.

Selon le type d'échantillon et suivant le composé à analyser, on peut supposer que les concentrations les plus faibles de la plage de travail sont comprises entre 0,1 µg/l et 0,5 µg/l pour les composés nitro-aromatiques et les nitro-amines (dans certains cas, la plage de travail la plus basse peut être prolongée jusqu'à 0,05 µg/l). Pour les nitro-esters, les plus faibles concentrations de la plage de travail sont supposées supérieures (0,5 µg/l ou plus).

On peut aussi doser des composés similaires par cette méthode, notamment d'autres nitro-aromatiques, mais on devra vérifier son applicabilité dans chaque cas individuel.

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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 5667-1, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 1: Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*

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: Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau*

3 Principe

Les substances contenues dans l'échantillon d'eau sont concentrées par extraction sur phase solide en utilisant un adsorbant à base de polystyrène/divinylbenzène. Après élution avec un mélange de solvants, l'éluat est concentré et les substances sont séparées par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP), puis analysées au moyen d'un détecteur UV à barrettes de diodes photoélectriques (détection par photodiode UV).

Tableau 1 — Explosifs et composés apparentés dosés selon la présente méthode
(il est très probable que les composés énumérés ici soient présents dans des échantillons d'eaux contenant des déchets d'armement)

Nom	Abréviation ^a	Autre nom	N° CAS ^b	Masse molaire g/mol	Numéro de référence/lettre dans les exemples de chromatogrammes à l'Article			
					A.1	A.2	A.3	B.1
2,4,6-Trinitrophénol	PA	Acide picrique	88-89-1	229,1	1	2	1	a
1,3,5,7-Tétranitro-octahydro-1,3,5,7-tétrazocine	HMX	Octogène	2691-41-0	296,2	2	1	2	b
1,3,5-Trinitro-hexahydro-1,3,5-triazine	RDX	Hexogène	121-82-4	222,1	3	3	4	d
2,2',4,4',6,6'-Hexanitrodiphénylamine	—	Hexyle	131-73-7	439,2	4	19	3	c
Dinitrate d'éthylène glycol	EGDN	—	628-96-6	152,1	5	4	5	e
Dinitrate de diéthylène glycol	DEGN	—	693-21-0	196,1	6	5	6	f
1,3,5-Trinitrobenzène	1,3,5-TNB	—	99-35-4	213,1	7	6	7	g
1,3-Dinitrobenzène	1,3-DNB	—	99-65-0	168,1	8	7	9	i
<i>N</i> -Méthyl- <i>N</i> -2,4,6-tétranitroaniline	CE	Tétryl	479-45-8	287,2	9	8	8	h
Trinitrate de glycérol	NG	Nitroglycérine	55-63-0	227,1	10	9	10	j
Trinitro-2,4,6-toluène	2,4,6-TNT	TNT	118-96-7	227,1	11	10	11	k
4-Amino-2,6-dinitrotoluène	4-A-2,6-DNT	—	19406-51-6	197,1	12	11	12	l
2-Amino-4,6-dinitrotoluène	2-A-4,6-DNT	—	35572-78-2	197,1	13	12	13	m
2,6-Dinitrotoluène	2,6-DNT	—	606-20-2	182,1	14	13	14	n
2,4-Dinitrotoluène	2,4-DNT	—	121-14-2	182,1	15	14	15	o
2-Nitrotoluène	2-NT	—	88-72-2	137,1	16	15	17	q
Tétranitrate de pentaérythritol	PETN	Nitropenta	78-11-5	316,2	17	18	16	p
4-Nitrotoluène	4-NT	—	99-99-0	137,1	18	16	18	r
3-Nitrotoluène	3-NT	—	99-08-1	137,1	19	17	19	s
Diphénylamine	DPA	—	122-39-4	169,24	20	—	—	—

^a Abréviations normalisées dont certaines sont d'origine anglo-saxonne.

^b CAS: Chemical Abstracts Service.

Les formules développées des composés choisis sont indiquées sur la Figure 1.

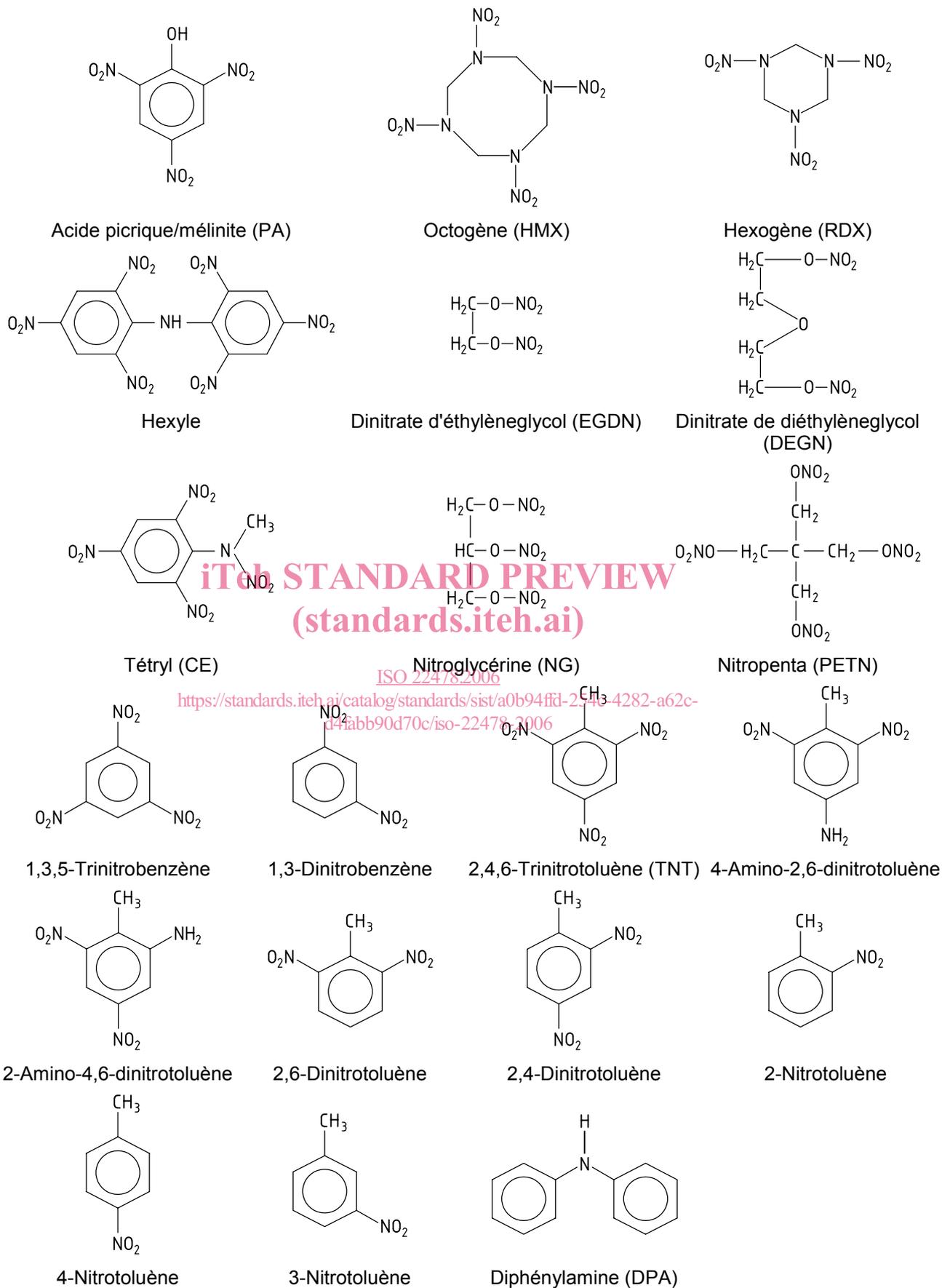


Figure 1 — Formules développées des explosifs sélectionnés

4 Interférences

4.1 Échantillonnage

Pour éviter les interférences, recueillir les échantillons comme spécifié dans l'Article 7, en observant les instructions données dans l'ISO 5667-1, l'ISO 5667-2 et l'ISO 5667-3.

4.2 Filtration

Si l'échantillon contient des matières en suspension, commencer par le filtrer sur un filtre en fibres de verre borosilicaté de façon à éviter tout colmatage de la cartouche de concentration sur phase solide. Signaler cette opération dans le rapport d'essai.

4.3 Concentration par évaporation

Il peut se produire une perte des mononitrotoluènes lors de l'évaporation des éluats comme spécifié en 8.2.

4.4 Chromatographie

Une asymétrie des pics ou l'existence de pics plus larges que la normale peuvent être symptomatiques d'une résolution incomplète des pics ou d'un chevauchement de pics imputable à des composés ayant des temps de rétention semblables et/ou présentant une absorption à la même longueur d'onde ou à une longueur d'onde similaire à celle des composés à déterminer. Pour déceler les chevauchement de pics, il est également nécessaire de vérifier la pureté des pics et de comparer le spectre UV au spectre d'un matériau de référence.

Des interférences peuvent être engendrées par la matière humique éluée dans le même domaine que les analytes à déterminer.

4.5 Exposition à la lumière

Les solutions de référence, les échantillons et leurs extraits peuvent se décomposer lorsqu'ils sont exposés à la lumière. Cette décomposition est particulièrement importante dans le cas du tétryl (voir Annexe C). Il convient donc d'étudier de manière approfondie le taux de récupération du tétryl.

4.6 Dosage de l'hexogène

Lorsque l'on dose de l'hexogène présent en faibles concentrations, des interférences peuvent être dues à la présence de fortes concentrations en composés nitro-aromatiques.

5 Réactifs

Les réactifs ne doivent pas avoir des valeurs de blanc qui interfèrent avec l'analyse de CLHP.

Si possible, utiliser des réactifs de qualité «pour analyse de résidus» ou «pour CLHP». Les solvants ne doivent pas contenir de substances mesurables absorbant les UV qui interfèrent avec la méthode.

5.1 Eau, de qualité 1, telle que définie dans l'ISO 3696. L'eau ne doit pas contenir de quantités mesurables de substances absorbant les UV, qui interfèrent avec le dosage.

5.2 Azote, d'au moins 99,996 % (fraction volumique) de pureté, pour sécher l'adsorbant et, si nécessaire, pour concentrer les éluats.

5.3 Hélium, d'au moins 99,996 % (fraction volumique) de pureté, pour dégazer l'éluant si l'on n'utilise pas de dispositif de dégazage sous vide.

5.4 Adsorbant microporeux polystyrène/divinylbenzène, de surface spécifique élevée (par exemple supérieure à 900 m²/g). Il est possible d'utiliser d'autres adsorbants à condition que le taux de récupération soit supérieur à 85 % pour l'octogène (HMX), à une concentration de 1 µg/l par litre d'échantillon.

5.5 Méthanol, CH₃OH.

5.6 Acétonitrile, CH₃CN.

5.7 Chlorure de sodium, NaCl.

5.8 Solution de dihydrogénophosphate de potassium, $c(\text{KH}_2\text{PO}_4) = 0,025 \text{ mol/l}$ (3,40 g/l).

5.9 Acide orthophosphorique, $w(\text{H}_3\text{PO}_4) = 85 \%$.

5.10 Composés de référence, telles que donnés dans le Tableau 1; certains d'entre eux ne peuvent être obtenus que sous forme de solutions disponibles dans le commerce, avec une concentration en masse spécifiée.

5.11 Solutions de composés de référence, préparées comme suit:

Ajouter du méthanol (5.5) à 100 mg du composé de référence dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre le composé de référence et compléter au volume avec du méthanol.

Préparer des solutions d'hexyle et d'octogène en utilisant de l'acétonitrile (5.6) en raison de leur faible solubilité dans le méthanol.

Conserver les solutions à une température de 6 °C au plus, à l'abri de la lumière; leur durée de conservation est limitée (six mois au maximum).

5.12 Solutions mères, préparées comme suit:

Transférer 1 ml de chacune des solutions de composés de référence (5.11) dans une fiole jaugée de 100 ml séparée et compléter au volume avec du méthanol (5.5).

Conserver ces solutions à une température de 6 °C au plus, à l'abri de la lumière; les solutions restent stables six mois au maximum.

5.13 Solutions de référence pour étalonnage multipoint, préparées comme suit:

Préparer au moins cinq dilutions de chaque solution mère préparée en 5.12 avant chaque étalonnage, de préférence en utilisant comme solvant un mélange méthanol/eau (50 + 50 parties en volume).

Conserver ces solutions de référence à une température de 6 °C au plus, à l'abri de la lumière; vérifier leur concentration régulièrement car leur stabilité est limitée.

5.14 Solution tampon, pour améliorer le gradient d'éluion de l'hexyle et de l'acide picrique, préparée en ajustant à 3,2 le pH d'une solution de dihydrogénophosphate de potassium à 0,025 mol (5.8) avec de l'acide orthophosphorique (5.9).

6 Appareillage

Les parties d'appareillage qui entrent en contact avec l'échantillon ou avec l'extrait doivent être exemptes de composés pouvant donner lieu à des valeurs de blanc. L'appareillage doit être fabriqué en matériaux qui n'adsorbent pas les composés recherchés et il doit offrir une protection contre la lumière (par exemple verre brun, acier inoxydable ou matières plastiques perfluorurées).

- 6.1 Flacons à fond plat, à col étroit, en verre brun, 1 000 ml.**
- 6.2 Équipement sous vide ou sous pression, pour l'enrichissement de l'échantillon.**
- 6.3 Filtre en fibres de verre, diamètre des fibres: de 0,75 µm à 1,5 µm, en verre borosilicaté contenant un liant inorganique.**
- 6.4 Micromembrane filtrante résistant aux solvants, par exemple: membrane en cellulose ou en polyamide, porosité de 0,2 µm à 0,45 µm, pour filtrer les extraits destinés à la CLHP.**
- 6.5 Cartouches en verre ou en polypropène, garnies d'adsorbant à base de polystyrène/divinylbenzène (5.4).**
- 6.6 Fioles jaugées en verre, de 1 ml, 10 ml et 100 ml.**
- 6.7 Éprouvette graduée, de 100 ml.**
- 6.8 pH-mètre, avec électrodes.**
- 6.9 Équipement pour concentrer les éluats par évaporation, par exemple: évaporateur rotatif, réglable pour obtenir un vide constant et avec un bain thermostatique, ou dispositif d'entraînement utilisant de l'azote gazeux.**
- 6.10 Récipients en verre, pour recueillir et concentrer les éluats par évaporation (par exemple: fiole conique avec extension cylindrique graduée).**
- 6.11 Flacons à échantillons en verre, avec bouchage inerte (septum revêtu de PTFE, par exemple) pour conserver les extraits.**
- 6.12 Chromatographe en phase liquide à haute performance, comprenant les éléments suivants:**
- a) un système de pompe analytique pour élution isocratique ou par gradient;
 - b) un dispositif manuel ou automatique pour l'application de l'échantillon;
 - c) un dispositif de dégazage;
 - d) un thermostat pour colonne;
 - e) un détecteur à barrettes de diodes photoélectriques (PDA) couvrant un domaine de longueurs d'onde compris entre 200 nm et 400 nm, par exemple;
 - f) un système de traitement des données;
 - g) une colonne analytique (l'Annexe A donne des exemples de types appropriés de colonnes).

7 Échantillonnage

Avec précaution, remplir des flacons à fond plat en verre brun avec l'eau à étudier. Conserver les échantillons, immédiatement après prélèvement et durant le transport, à une température ne dépassant pas 4 °C et à l'abri de la lumière (par exemple dans une glacière). Extraire l'échantillon, si possible, dans les trois jours suivant son prélèvement car la concentration des explosifs et de leurs composés apparentés est beaucoup plus stable dans les éluats organiques que dans les échantillons. Si le stockage est inévitable, maintenir l'échantillon à environ 4 °C à l'abri de la lumière.

Procéder à la détermination dès que possible après l'extraction.