

---

---

**Qualité du sol — Dosage des  
herbicides — Méthode par CLHP avec  
détection par UV**

*Soil quality — Determination of herbicides — Method using HPLC with  
UV-detection*

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

[ISO 11264:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32d9bdef-b136-4c2b-ab40-f53fee783c7a/iso-11264-2005)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32d9bdef-b136-4c2b-ab40-  
f53fee783c7a/iso-11264-2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32d9bdef-b136-4c2b-ab40-f53fee783c7a/iso-11264-2005)



**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 11264:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32d9bdef-b136-4c2b-ab40-f53fee783c7a/iso-11264-2005>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2005

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)

Version française parue en 2007

Publié 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>Mode opératoire</b> .....	6
6.1 <b>Préparation des échantillons</b> .....	6
6.2 <b>Conservation et prétraitement des échantillons</b> .....	6
6.3 <b>Ajout d'eau à l'échantillon</b> .....	6
6.4 <b>Préparation de l'extrait de sol</b> .....	7
6.5 <b>Dosage par CLHP</b> .....	7
7 <b>Calculs</b> .....	10
7.1 <b>Calcul de la concentration massique <math>\rho_{EX}</math> de la substance dans l'extrait E2 à l'aide de l'Équation (2)</b> .....	10
7.2 <b>Calcul de la teneur <math>w</math> de la substance dans l'extrait de sol E2 à l'aide de l'Équation (3)</b> .....	11
7.3 <b>Expression des résultats</b> .....	11
8 <b>Rapport d'essai</b> .....	11
9 <b>Justesse</b> .....	11
<b>Annexe A (informative) Chromatogrammes</b> .....	12
<b>Annexe B (normative) Validation</b> .....	14
<b>Annexe C (informative) Autres composants soumis à essai suivant la présente méthode (voir 6.4 et 6.5)</b> .....	17
<b>Bibliographie</b> .....	18

## 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 11264 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 11264:2005  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32d9bdef-b136-4c2b-ab40-f53fee783c7a/iso-11264-2005>

# Qualité du sol — Dosage des herbicides — Méthode par CLHP avec détection par UV

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de chromatographie liquide à haute performance (CLHP) pour le dosage qualitatif et quantitatif des herbicides dans différentes classes de substances contenues dans le sol. Cette méthode traite des triazines ainsi que des métabolites qui leur sont associés, des composés à base de phénylurées et d'autres herbicides. Les composés sont identifiés et quantifiés par détection UV.

La limite de détection des triazines et des composés à base de phénylurées est d'environ 0,01 mg/kg de matière sèche. Elle varie en fonction tant du composé que de la matrice du sol.

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

ISO 11465, *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

Extraction d'un échantillon de sol humide à l'aide d'un mélange d'acétone et d'eau (2:1). Après addition de NaCl et de dichlorométhane ou d'éther de pétrole, concentration de la phase organique isolée et transfert dans un mélange d'acétonitrile et d'eau, puis, sans autre purification, analyse par chromatographie à haute performance en phase inverse (CLHP – PI) avec gradient d'acétonitrile et d'eau et détection UV. Confirmation des résultats par détecteur UV à barrette de diodes, chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG-MS), chromatographie en phase gazeuse avec détecteur azote/phosphore (CPG-NPD) ou à émission atomique (CPG-AED) (certaines méthodes pouvant nécessiter une dérivation).

## 4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. La pureté des réactifs utilisés doit être vérifiée par un dosage à blanc du type décrit en 6.5. Si la valeur du blanc est déraisonnablement élevée, c'est-à-dire supérieure à 10 % de la valeur d'intérêt la plus basse, il faut en trouver la cause en analysant tout le mode opératoire étape par étape. Pour les mesurages effectués à la limite de détermination, même des réactifs adaptés à l'analyse des résidus peuvent ne pas respecter ce critère. Dans ce cas, des dosages de blanc suffisants doivent être introduits dans chaque série d'échantillons.

**4.1 Eau**, pour analyse des résidus; l'eau du robinet (eau potable) est généralement utilisable.

**4.2 Acétone**, pour analyse des résidus.

**4.3 Chlorure de sodium**.

**4.4 Dichlorométhane**, pour analyse des résidus.

**4.5 Éther de pétrole**, pour analyse des résidus, plage d'ébullition de 40 °C à 60 °C.

**4.6 Sulfate de sodium**, anhydre, pour analyse des résidus.

**4.7 Acétonitrile**, qualité pour CLHP.

**4.8 Eau**, qualité pour CLHP.

**4.9 2-Propanol**, pour chromatographie.

**4.10 Mélange acétonitrile (4.7)/eau (4.8), 1 + 1 (V + V)** pour mise en solution de l'échantillon.

**4.11 Méthanol**, qualité pour CLHP.

**4.12 Substances étalons** (avec leur numéro CAS)

Alachlore [015972-60-8], Atrazine [001912-24-9], Atrazine-deséthyl [06190-65-4], Atrazine-désisopropyl [01007-28-9], Bromacil [000314-40-9], Chlortoluron [015545-48-9], Chloroxuron [001982-47-4], Cyanazine [021725-46-2], Dichlobénil [001194-65-6], Diuron [000330-54-1], Éthofumesate [026225-79-6], Hexazinone [051235-04-2], Isoproturon [034123-59-6], Métazachlore [061729-08-2], Métamitrone [041394-05-2], Métabenzthiazuron [018691-97-9], Métobromuron [003060-89-7], Métolachlore [051218-45-2], Métoxuron [019937-59-8], Monuron [000150-68-5], Pendiméthaline [040487-42-1], Propazine [000139-40-2], Propyzamide [023950-58-5], Sébuthylazine [00728-69-3], Simazine [000122-34-9], Terbutryne [000886-50-0], Terbutylazine [005915-41-3].

**4.13 Solutions étalons pour dosage par CLHP.**

**4.13.1 Solutions mères**,  $\rho_{11} = 1 \text{ mg/ml}$

Peser 10,0 mg de chaque substance étalon (4.12) et les placer dans des fioles jaugées de 10 ml (5.13). Mettre en solution avec du 2-propanol (4.9) ou, dans le cas de la sébuthylazine et de la simazine, avec de petites portions d'acétone (4.2) ou encore, dans le cas de la métamitrone, avec du méthanol (4.11). Compléter ensuite au trait repère avec du 2-propanol (4.9).

**4.13.2 Solutions intermédiaires**,  $\rho_{12} = 100 \text{ } \mu\text{g/ml}$

Verser à la pipette 1,0 ml de chacune des solutions mères (4.13.1) dans une fiole jaugée de 10 ml (5.13) et compléter au trait repère avec du 2-propanol (4.9).

**4.13.3 Solutions de travail I,  $\rho_{13} = 10 \mu\text{g/ml}$** 

NOTE Les solutions de travail servent à déterminer le temps de rétention. Les concentrations sont différentes, car les substances analysées ont des coefficients de réponse différents.

Verser à la pipette 1,0 ml de chacune des dilutions intermédiaires (4.13.2) dans une fiole jaugée de 10 ml (5.13) et compléter au trait repère avec le mélange d'acétonitrile et d'eau (4.10).

**4.13.4 Solutions de travail II,  $\rho_{14} = 1 \mu\text{g/ml}$** 

Transférer, à l'aide d'une microseringue (5.14), 100  $\mu\text{l}$  de chacune des dilutions intermédiaires (4.13.2) dans une fiole jaugée de 10 ml (5.13) et compléter au trait repère avec le mélange d'acétonitrile et d'eau (4.10).

**4.13.5 Solutions de travail III,  $\rho_{15} = 0,1 \mu\text{g/ml}$** 

Transférer, à l'aide d'une microseringue (5.14), 100  $\mu\text{l}$  de la solution de travail I (4.13.3) dans une fiole jaugée de 10 ml (5.13) et compléter au trait repère avec le mélange d'acétonitrile et d'eau (4.10).

**4.13.6 Solutions mixtes I,  $\rho_{16} = 5 \mu\text{g/ml}$  à  $100 \mu\text{g/ml}$** 

Conformément au Tableau 1, transférer, à l'aide d'une microseringue (5.14), entre 50  $\mu\text{l}$  et 1 000  $\mu\text{l}$  des solutions mères (4.13.1) dans une fiole jaugée de 10 ml (5.13) et compléter au trait repère avec du 2-propanol (4.9).

**4.13.7 Solutions mixtes II,  $\rho_{17} = 0,5 \mu\text{g/ml}$  à  $10 \mu\text{g/ml}$** 

Verser à la pipette 1,0 ml de la solution mixte I (4.13.6) dans une fiole jaugée de 10 ml (5.13) et compléter au trait repère avec le mélange d'acétonitrile et d'eau (4.10) (voir Tableau 1).

**4.13.8 Solutions mixtes III,  $\rho_{18} = 0,05 \mu\text{g/ml}$  à  $1 \mu\text{g/ml}$** 

Verser à la pipette 1,0 ml de la solution mixte II (4.13.7) dans une fiole jaugée de 10 ml (5.13) et compléter au trait repère avec le mélange d'acétonitrile et d'eau (4.10).

Tableau 1 — Concentration des composés des solutions mixtes I (4.13.6), II (4.13.7) et III (4.13.8)

N°	Composé <sup>a</sup>	Volume <sup>b</sup> µl	Solution mixte I µg/ml	Solution mixte II µg/ml	Solution mixte III µg/ml
1	Atrazine-désisopropyl	200	20	2	0,2
2	Métamitron	500	50	5	0,5
3	Atrazine-deséthyl	200	20	2	0,2
4	Hexazinone	200	20	2	0,2
5	Métoxuron	200	20	2	0,2
6	Bromacil	400	40	4	0,4
7	Simazine	100	10	1	0,1
8	Monuron	100	10	1	0,1
9	Cyanazine	100	10	1	0,1
10	Méthabenzthiazuron	100	10	1	0,1
11	Chlortoluron	100	10	1	0,1
12	Atrazine	100	10	1	0,1
13	Isoproturon	100	10	1	0,1
14	Diuron	200	20	2	0,2
15	Métobromuron	100	10	1	0,1
16	Métazachlore	500	50	5	0,5
17	Sébuthylazine	100	10	1	0,1
18	Propazine	100	10	1	0,1
19	Dichlobénil	200	20	2	0,2
20	Terbuthylazine	100	10	1	0,1
21	Chloroxuron	100	10	1	0,1
22	Propyzamide	100	10	1	0,1
23	Terbutryne	50	5	0,5	0,05
24	Éthofumésate	500	50	5	0,5
25	Métolachlore	500	50	5	0,5
26	Alachlore	1 000	100	10	1
27	Pendiméthaline	100	10	1	0,1

<sup>a</sup> Les composés sont présentés dans l'ordre d'éluion dans les conditions indiquées en 6.5. Pour d'autres composés, voir l'Annexe C.

<sup>b</sup> Volume à prélever dans la solution mère (4.13.1) pour préparer 10 ml de la solution mixte I (4.13.6).

## 5 Appareillage

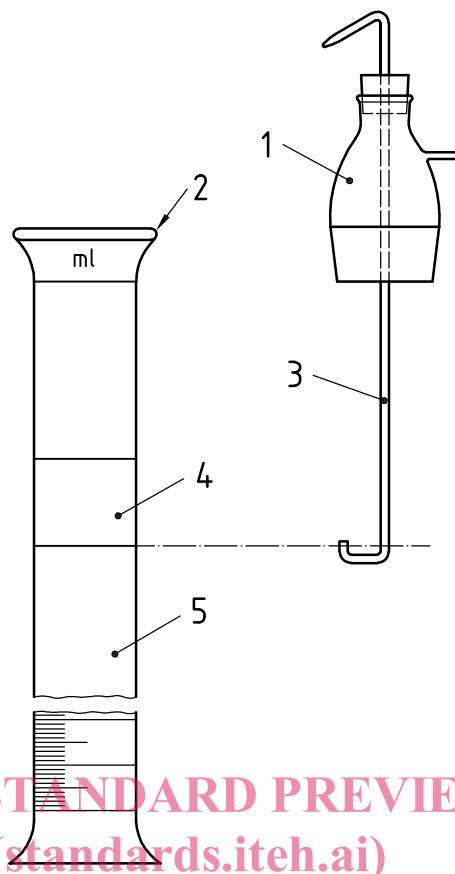
**5.1 Ballons en verre**, à bouchon à vis et à bague d'étanchéité en polytétrafluoréthylène, de capacité nominale 250 ml et 1 000 ml.

**5.2 Appareil d'extraction** (voir Figure 1), comprenant les éléments suivants.

**5.2.1 Une éprouvette graduée** de 1 000 ml de volume nominal à col rodé et à bouchon en verre rodé.

**5.2.2 Un insert en verre rodé (sur le principe de la pissette) à tube en U réglable**, dont l'extrémité coudée peut être placée à l'interface des deux phases.





iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

#### Légende

- 1 insert en verre rodé
- 2 éprouvette graduée
- 3 tube en U réglable
- 4 phase organique
- 5 phase aqueuse et sol

ISO 11264:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32d9bdef-b136-4c2b-ab40-f53fee783c7a/iso-11264-2005>

Figure 1 — Appareil d'extraction

**5.3 Agitateur**, à renversement ou horizontal, permettant d'obtenir un mélange homogène du sol et du solvant d'extraction.

**5.4 Évaporateur rotatif sous vide**, avec bain d'eau et régulation du vide.

**5.5 Ballon en forme de poire**, de 10 ml de volume nominal, gradué en 0,5 ml et en 1,0 ml, avec bouchon en verre rodé.

**5.6 Membrane filtrante**, de porosité minimale 0,45  $\mu\text{m}$ , résistante au solvant.

**5.7 Tube à essai**, de 2 ml de volume nominal, obturable de façon étanche avec un disque en polytétrafluoréthylène.

**5.8 Appareil de CLHP**, comportant des pompes haute pression à programmeur de gradient, une vanne d'injection de 20  $\mu\text{l}$  à 50  $\mu\text{l}$ , un four thermostaté de colonne et un dispositif de dégazage du solvant.

**5.9 Détecteur UV**, à longueur d'onde variable ou détecteur à barrette de diodes (DAD).

**5.10 Dispositif d'enregistrement électronique** (intégrateur ou micro-ordinateur de laboratoire).

**5.11 Colonne de séparation**, longueur = 250 mm, diamètre intérieur = 4 mm, et support de précolonne (voir 6.5.1).

**5.12 Précolonne**, de longueur 4 mm, diamètre intérieur 4 mm (voir 6.5.1).

**5.13 Fioles jaugées**, de 10 ml de volume nominal, à bouchon en verre.

**5.14 Microseringues**, de 50 µl à 1 000 µl.

**5.15 Bain à ultrasons ou mélangeur à vortex.**

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Préparation des échantillons

Prélever des échantillons représentatifs du sol humide, conformément à l'ISO 10381-1, en utilisant un appareil d'échantillonnage conforme à l'ISO 10381-2.

### 6.2 Conservation et prétraitement des échantillons

Prétraiter les échantillons de sol humides conformément à l'ISO 14507 aussi rapidement que possible (sans dessiccation chimique).

Conserver les échantillons à l'abri de la lumière à une température inférieure à -20 °C. Les herbicides pouvant être sujets à conversion microbienne dans certaines conditions, il est recommandé de congeler les échantillons si on les conserve plus de deux jours.

Déterminer les teneurs en eau et en matière sèche sur un sous-échantillon conformément à l'ISO 11465.

### 6.3 Ajout d'eau à l'échantillon

Ajouter à la masse de sol une masse spécifique d'eau calculée à l'aide de l'Équation (1) (chaque échantillon préparé ayant une masse d'eau de 100 g).

$$m_w = 100 - \frac{m_s \cdot w_w}{100} \quad (1)$$

où

$m_w$  est la masse d'eau ajoutée, en g;

$m_s$  est la masse de l'échantillon, en g;

$w_w$  est la teneur en eau, en pourcentage (%).

NOTE L'ajout d'eau est important pour donner un rapport fixe (eau/acétone/dichlorométhane de 1:2:1,5). Dans ces conditions, la phase organique est la phase supérieure.

## 6.4 Préparation de l'extrait de sol

### 6.4.1 Extraction et répartition liquide-liquide

Peser 50 g de sol préparé conformément à 6.1 dans un ballon (5.1) ou une éprouvette en verre (5.2.1) et ajouter  $m_w$  grammes d'eau (4.1) et 200 ml d'acétone (4.2). Fermer et agiter pendant au moins 6 h. L'agitation doit entraîner une homogénéisation visible des deux phases. Ajouter ensuite 30 g de chlorure de sodium (4.3) et 150 ml de dichlorométhane (4.4) ou d'éther de pétrole (4.5). Fermer et agiter pendant 5 min.

D'autres techniques d'extraction, telles que l'extraction aux ultrasons, aux micro-ondes ou sous pression, peuvent être utilisées. Dans ce cas toutefois, leur comparabilité à la méthode décrite dans la présente Norme internationale doit être prouvée.

Il convient de limiter au minimum inévitable l'utilisation de dichlorométhane en raison des risques sanitaires et environnementaux. Le remplacement du dichlorométhane par de l'éther de pétrole (plage d'ébullition de 40 °C à 60 °C) entraîne pour certains sols et composés des réductions de concentration pouvant aller jusqu'à 10 %. Le remplacement du dichlorométhane par de l'acétate d'éthyle et du diéthyléther entraîne souvent une récupération médiocre, fonction de la matrice de l'échantillon.

Dans le cas de certains composés (par exemple la métamitron), des taux de récupération inférieurs à 70 % ont été obtenus. Pour une évaluation quantitative, il est recommandé d'utiliser une technique d'extraction adaptée au composé considéré.

Placer environ 50 g de sulfate de sodium anhydre (4.6) dans une fiole conique de volume nominal 500 ml. Transférer la phase organique dans la fiole conique soit par décantation, soit à l'aide de l'insert en verre rodé (5.2.2) et d'azote. Fermer la fiole et homogénéiser (voir 5.3) au moins pendant 2 h. Mesurer une partie aliquote de 140 ml, 40 % de l'aliquote totale (pour un extrait de 20 g de sol), et la placer dans un ballon à fond rond (5.5). Concentrer à environ 1 ml à l'aide de l'évaporateur rotatif sous vide à pression réduite et dans un bain d'eau à une température maximale de 40 °C. Éviter de concentrer à siccité complète. Désigner ce résidu concentré comme l'extrait 1 «E1».

ISO 11264:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32d9bdef-b136-4c2b-ab40-151c7837a130-11264-2005>

Si du dichlorométhane est employé, éliminer la couche aqueuse et filtrer la couche organique dans la fiole conique afin d'éliminer les particules de sol.

### 6.4.2 Concentration et mise en solution

Transférer l'extrait E1 (6.4.1) à l'aide d'une pipette Pasteur dans un ballon gradué en forme de poire (5.5). Rincer la fiole conique avec environ 2 ml d'acétonitrile (4.7). Pour éliminer complètement l'acétone, concentrer à moins de 1 ml et compléter ultérieurement à 1,0 ml avec de l'acétonitrile (4.7). Avec une pipette, ajouter 1,0 ml d'eau pour CLHP (4.8) et homogénéiser dans un mélangeur à vortex ou un bain à ultrasons (5.15). Si nécessaire, filtrer (voir 5.6) et transférer la solution dans un tube à essai obturable de façon étanche (5.7). Désigner ce résidu concentré comme l'extrait «E2». Il s'agit d'un extrait de 10 g de sol/ml,  $\rho_{E2} = 10$  g/ml.

NOTE 1 L'utilisation de cette méthode d'extraction (6.4.1) permet également le dosage d'autres agents de protection des cultures (par exemple les insecticides et les fongicides) et de composés importants pour l'environnement (par exemple les biphényles polychlorés et les hydrocarbures aromatiques polycycliques).

NOTE 2 Cette méthode peut également être mise en œuvre sur une microbalance avec des masses d'échantillons et de réactifs (proportionnellement) limitées (par exemple 5 g de sol, 10 ml d'eau, 20 ml d'acétone, 15 ml de dichlorométhane et 3 g de chlorure de sodium). Dans ce cas, la médiocre homogénéité de certains échantillons peut causer des problèmes.

## 6.5 Dosage par CLHP

### 6.5.1 Généralités

Il convient de considérer les conditions suivantes comme des lignes directrices. L'utilisateur doit les optimiser en fonction de la colonne utilisée, des autres équipements et du problème de la séparation.